# ГОСТ 31870-2012. Межгосударственный стандарт. Вода питьевая. Определение содержания элементов методами атомной спектрометрии

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии · № ГОСТ 31870-2012 · Действующий акт

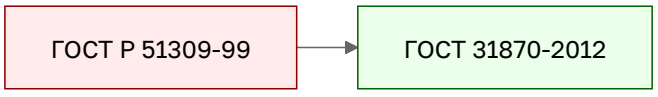
(введен в действие Приказом Росстандарта от 29.11.2012 № 1619-ст)

Примечание

Документ включен в Перечень международных и региональных (межгосударственных) стандартов, а в случае их отсутствия — национальных (государственных) стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований технического регламента Таможенного союза «О безопасности упаковки» (ТР ТС 005/2011) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования (Решение Коллегии Евразийской экономической комиссии от 29.01.2024 № 9). Документ включен в Перечень международных и региональных (межгосударственных) стандартов (п. п. 20, 105, 299, 329, 364, 444, 628, 798, 970, 1215, 1253), а в случае их отсутствия — национальных (государственных) стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований технического регламента Таможенного союза «О безопасности продукции, предназначенной для детей и подростков» (ТР ТС 007/2011) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования (Решение Коллегии Евразийской экономической комиссии от 14.03.2023 № 31). Документ включен в Перечень международных и региональных (межгосударственных) стандартов (п. п. 50, 61, 70, 86, 100, 115, 134), а в случае их отсутствия — национальных (государственных) стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований технического регламента Евразийского экономического союза «О безопасности алкогольной продукции» (ТР ЕАЭС 047/2018) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования (Решение Коллегии Евразийской экономической комиссии от 17.05.2022 № 80). Документ включен в Перечень международных и региональных (межгосударственных) стандартов, а в случае их отсутствия — национальных (государственных) стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований технического регламента Таможенного союза «О безопасности продукции легкой промышленности» (ТР ТС 017/2011) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования (Решение Коллегии Евразийской экономической комиссии от 22.12.2020 № 180). Документ включен в Перечень международных и региональных (межгосударственных) стандартов, а в случае их отсутствия — национальных (государственных) стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований технического регламента Таможенного союза «О безопасности средств индивидуальной защиты» (ТР ТС 019/2011) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования (Решение Коллегии Евразийской экономической комиссии от 03.03.2020 № 30). Документ включен в Перечень международных и региональных (межгосударственных) стандартов, а в случае

их отсутствия — национальных (государственных) стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований технического регламента Таможенного союза «Технический регламент на соковую продукцию из фруктов и овощей» (ТР ТС 023/2011) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования (Решение Коллегии Евразийской экономической комиссии от 28.01.2020 № 19). Документ включен в Перечень международных и региональных (межгосударственных) стандартов, а в случае их отсутствия — национальных (государственных) стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований технического регламента Таможенного союза «О безопасности пищевой продукции» (ТР ТС 021/2011) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования (Решение Коллегии Евразийской экономической комиссии от 24.12.2019 № 236). Документ включен в Перечень стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований технического регламента Таможенного союза «Технический регламент на соковую продукцию из фруктов и овощей» (ТР ТС 023/2011) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования (Решение Комиссии Таможенного союза от 09.12.2011 № 882). Документ включен в Перечень международных и региональных (межгосударственных) стандартов, а в случае их отсутствия — национальных (государственных) стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимых для применения и исполнения требований технического регламента Таможенного союза «О безопасности игрушек» (ТР ТС 008/2011) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования (Решение Комиссии Таможенного союза от 23.09.2011 № 798). Документ включен в Перечень стандартов, содержащих правила и методы исследований (испытаний) и измерений, в том числе правила отбора образцов, необходимые для применения и исполнения требований технического регламента Таможенного союза «О безопасности упаковки» (ТР ТС 005/2011) и осуществления оценки соответствия объектов технического регулирования (Решение Комиссии Таможенного союза от 16.08.2011 № 769). Текст данного документа приведен с учетом поправок, опубликованных в «ИУС», **№ 10**, 2015 и **№ 1**, 2017. Документ **введен** в действие с 01.01.2014.

ИСТОРИЯ ИЗМЕНЕНИЙ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИХ АКТОВ




Введен в действие Приказом Федерального агентства по техническому

регулированию и метрологии
от 29 ноября 2012 г. № 1619-ст
**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**
**ВОДА ПИТЬЕВАЯ**

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЭЛЕМЕНТОВ МЕТОДАМИ АТОМНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ

Drinking water. Determination of elements content by atomic spectrometry methods

**(ISO 5961:1994, NEQ) (ISO 9174:1998, NEQ) (ISO 11885:2007, NEQ)**

**ГОСТ 31870-2012**

Группа Н09

**МКС 13.060.50**
**ТН ВЭД 220100000,**
**220110000**
**Дата введения**
**1 января 2014 года**

## Предисловие

**Цели, основные принципы и основной порядок проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0-92 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2-2009 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, применения, обновления и отмены».**

## Сведения о стандарте

1. Подготовлен Обществом с ограниченной ответственностью «Протектор» совместно с Закрытым акционерным обществом «Центр исследования и контроля воды».

2. Внесен Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии.

3. Принят Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации (Протокол от 15 ноября 2012 г. № 42).

За принятие проголосовали:

| Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004-97 | Код страны по МК (ИСО 3166) 004-97 | Сокращенное наименование национального органа по стандартизации |
|---|---|---|
| Азербайджан | AZ | Азстандарт |
| Армения | AM | Минэкономики Республики Армения |
| Казахстан | KZ | Госстандарт Республики Казахстан |
| Кыргызстан | KG | Кыргызстандарт |
| Российская Федерация | RU | Росстандарт |
| Узбекистан | UZ | Узстандарт |

4. Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 29 ноября 2012 г. № 1619-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 31870-2012 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 января 2014 г.

5. Настоящий стандарт соответствует международным стандартам:

ISO 5961:1994. Water quality — Determination of cadmium by atomic absorption spectrometry (Качество воды. Определение кадмия атомно-абсорбционной спектрометрией);

ISO 9174:1998. Water quality — Determination of chromium — Atomic absorption spectrometric methods (Качество воды. Определение хрома. Методы атомно-абсорбционной спектрометрии);

ISO 11885:2007. Water quality — Determination of 33 elements by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry (Качество воды. Определение 33 элементов атомно-эмиссионной спектрометрией с индуктивно связанной плазмой).

Степень соответствия — неэквивалентная (NEQ).

Стандарт подготовлен на основе применения ГОСТ Р 51309-99.

6. Введен впервые.

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта публикуется в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты».

Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты», а текст изменений и поправок — в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована в ежемесячно издаваемом информационном указателе «Национальные стандарты».

## 1. Область применения

Настоящий стандарт распространяется на питьевые, в том числе расфасованные в емкости, и природные (поверхностные и подземные) воды, в том числе источники водоснабжения и устанавливает два метода определения массовой концентрации элементов:

- определение содержания алюминия, бария, бериллия, ванадия, висмута, железа, кадмия, кобальта, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, свинца, селена, серебра, сурьмы, титана, хрома, цинка (далее — элементы) методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией (метод 1):

- определение содержания алюминия, бария, бериллия, бора, ванадия, висмута, вольфрама, железа, кадмия, калия, кальция, кобальта, кремния, лития, магния, марганца, меди, молибдена, мышьяка, натрия, никеля, олова, свинца, селена, серебра, стронция, сурьмы, теллура, титана, хрома, цинка (далее — элементы) методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (метод 2).

## 2. Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие межгосударственные стандарты:

ГОСТ ИСО 5725-6-2003 <*>. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

---

<*> В Российской Федерации действует ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

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

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

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

**ГОСТ 1770-74** (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80). Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Технические условия

ГОСТ 4461-77. Реактивы. Кислота азотная. Технические условия

ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ 9293-74 (ИСО 2435-73). Азот газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 10157-79. Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

**ГОСТ 11088-75**. Реактивы. Магний нитрат 6-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 20298-74**. Смолы ионообменные. Катиониты. Технические условия

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

ГОСТ 28165-89. Приборы и аппараты лабораторные из стекла. Аквадистилляторы. Испарители. Установки ректификационные. Общие технические требования

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

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

ГОСТ 31291-2005. Палладий аффинированный. Технические условия

**ГОСТ 31861-2012**. Вода. Общие требования к отбору проб

**ГОСТ 31862-2012**. Вода питьевая. Отбор проб.

*Примечание.* При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный стандарт заменен (изменен), то при пользовании настоящим стандартом следует руководствоваться заменяющим (измененным) стандартом. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3. Отбор проб

Пробы воды отбирают по **ГОСТ 31862**, **ГОСТ 31861** и ГОСТ 17.1.5.05 в посуду вместимостью 0,2 — 0,5 дм3, изготовленную из полимерных материалов. Если измерение проводят более чем через 12 ч после отбора, пробы консервируют, добавляя раствор азотной кислоты по **4.3.2.2** или

концентрированную азотную кислоту до pH менее 2. Контроль pH осуществляют по универсальной индикаторной бумаге. Для питьевых и поверхностных вод, как правило, достаточно добавлять 1,0 см3 концентрированной азотной кислоты на 200 см3 пробы воды.

*Примечание.* Если необходимо определить в пробе воды растворенные формы элементов, то пробу вначале фильтруют, а затем подкисляют.

Срок хранения законсервированных проб при температуре от 2 °C до 5 °C при определении висмута, олова, селена и сурьмы — не более 14 сут, остальных проб — не более 1 мес. Проба не должна подвергаться воздействию прямого солнечного света.

Сроки и температурные условия хранения воды, расфасованной в емкости, должны соответствовать требованиям, указанным в нормативной документации <*> на готовую продукцию.

---

<*> В Российской Федерации — требованиям ГОСТ Р 52109-2003 «Вода питьевая, расфасованная в емкости. Общие технические условия».

## 4. Определение содержания алюминия, бария, бериллия, ванадия, висмута, железа, кадмия, кобальта, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, олова, свинца, селена, серебра, сурьмы, титана, хрома, цинка методом атомно-абсорбционной спектрометрии с электротермической атомизацией (метод 1)

### 4.1 Сущность метода

Метод основан на измерении поглощения излучения резонансной длины волны атомным паром определяемого элемента, образующимся в результате электротермической атомизации анализируемой пробы в графитовой печи спектрометра.

Метод позволяет определять массовые концентрации следующих элементов:

```
алюминия   -  от 0,01 до 0,1 мг/дм3;
бария      -  от 0,01 до 0,2 мг/дм3;
бериллия   -  от 0,0001 до 0,002 мг/дм3;
ванадия    -  от 0,005 до 0,05 мг/дм3;
висмута    -  от 0,005 до 0,1 мг/дм3;
железа     -  от 0,04 до 0,25 мг/дм3;
кадмия     -  от 0,0001 до 0,01 мг/дм3;
кобальта   -  от 0,001 до 0,05 мг/дм3;
марганца   -  от 0,001 до 0,05 мг/дм3;
меди       -  от 0,001 до 0,05 мг/дм3;
молибдена  -  от 0,001 до 0,2 мг/дм3;
мышьяка    -  от 0,005 до 0,3 мг/дм3;
никеля     -  от 0,001 до 0,05 мг/дм3;
олова      -  от 0,005 до 0,02 мг/дм3;
свинца     -  от 0,001 до 0,05 мг/дм3;
селена     -  от 0,002 до 0,05 мг/дм3;
серебра    -  от 0,0005 до 0,01 мг/дм3;
сурьмы     -  от 0,005 до 0,02 мг/дм3;
титана     -  от 0,1 до 0,5 мг/дм3;
хрома      -  от 0,001 до 0,05 мг/дм3;
цинка      -  от 0,001 до 0,05 мг/дм3.
```

Метод может применяться для определения более высоких концентраций элементов после разбавления анализируемой пробы воды, но не более чем в сто раз.

### 4.2 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

Атомно-абсорбционный спектрометр (спектрофотометр) любого типа с электротермическим атомизатором, позволяющим производить по заданной программе разогрев графитовой печи, оборудованный источниками резонансного излучения (спектральными лампами) для определения соответствующих элементов и устройством для коррекции неселективного поглощения (фона).

Цилиндр мерный вместимостью 500 см3 по **ГОСТ 1770**.

Колбы мерные по **ГОСТ 1770**.

Пипетки градуированные по **ГОСТ 29227** или с одной отметкой по **ГОСТ 29169**.

Микродозаторы.

Весы лабораторные <*> с наибольшим пределом взвешивания 220 г, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более +/- 0,75 мг.

---

<*> В Российской Федерации действует ГОСТ Р 53228-2008 «Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания».

Государственные (межгосударственные) стандартные образцы (ГСО) состава водных растворов элементов по ГОСТ 8.315.

*Примечание.* Вместо ГСО состава водных растворов индивидуальных элементов допускается использовать многокомпонентные ГСО состава водных растворов элементов. При отсутствии в государственном реестре утвержденных типов стандартных образцов необходимых ГСО, допускается использовать аттестованные смеси элементов.

Стаканчики для взвешивания по ГОСТ 25336.

Стакан термостойкий по ГОСТ 25336.

Холодильник бытовой любого типа.

Фильтры мембранные с диаметром пор 0,45 мкм.

Устройство для фильтрования.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.

Аквадистилляторы одноступенчатый и двухступенчатый по ГОСТ 28165.

Посуда для транспортирования и хранения отобранных проб воды вместимостью от 0,2 до 0,5 дм3 из полимерных материалов (полиэтилена, полипропилена, поливинилхлорида, фторопласта).

Кислота азотная по **ГОСТ 11125**, особой чистоты, или по ГОСТ 4461, очищенная методом перегонки.

Вода бидистиллированная или деионизированная (дистиллированная вода по ГОСТ 6709, перегнанная повторно или пропущенная через колонку с ионообменной смолой по **ГОСТ 20298**).

Аргон газообразный высокой чистоты по ГОСТ 10157 или азот газообразный по ГОСТ 9293.

Палладий аффинированный, порошок (99,95%) по ГОСТ 31291.

Нитрат магния 6-водный по **ГОСТ 11088**, ч.д.а.

Универсальная индикаторная бумага.

*Примечание.* Допускается применять другие средства измерений, оборудование и реактивы с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных, в том числе импортного производства.

**4.3 Порядок подготовки к проведению измерений**

4.3.1 Подготовка посуды
Всю используемую для отбора, хранения, транспортирования и анализа проб посуду промывают разбавленной 1:1 азотной кислотой, затем большим количеством водопроводной и (или) дистиллированной воды и ополаскивают 3 — 4 раза бидистиллированной водой. Не допускается обрабатывать посуду смесями, содержащими хром.

4.3.2 Приготовление растворов
4.3.2.1 Раствор азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/дм3
В мерную колбу вместимостью 1000 см3, наполовину заполненной бидистиллированной (деионизированной) водой, приливают 20 см3 концентрированной азотной кислоты. После охлаждения до комнатной температуры доводят раствор бидистиллированной (деионизированной) водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора — не более 3 мес.

4.3.2.2 Раствор разбавленной в соотношении 1:1 азотной кислоты
В мерную колбу вместимостью 1000 см3 помещают 400 см3 бидистиллированной (деионизированной) воды, затем мерным цилиндром приливают 500 см3 концентрированной азотной кислоты. После охлаждения раствора до комнатной температуры раствор в колбе доводят до метки бидистиллированной (деионизированной) водой и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора — не более 12 мес.

4.3.2.3 Химический модификатор (модификатор матрицы)
При определении многих легколетучих элементов для увеличения температуры озоления пробы и разделения пиков атомного и фонового поглощения используют химические модификаторы (модификаторы матрицы). Растворы нитрата палладия и нитрата магния являются универсальными модификаторами. Допускается применение других модификаторов или их смеси, в зависимости от рекомендаций изготовителей приборов.

4.3.2.3.1 Раствор нитрата палладия с массовой концентрацией палладия 1 г/дм3
В термостойкий стакан помещают 1,00 г порошкообразного палладия, добавляют 5 см3 концентрированной азотной кислоты и нагревают на электроплитке с закрытой спиралью до полного растворения металла. После охлаждения раствор фильтруют в мерную колбу вместимостью 1 дм3, промывают фильтр несколькими порциями раствора азотной кислоты концентрации 0,3 моль/дм3 и доводят ею объем раствора до метки. Срок хранения раствора — не более 6 мес.

4.3.2.3.2 Раствор нитрата магния массовой концентрации 3 г/дм3
В колбу вместимостью 1 дм3 помещают 5,19 г нитрата магния и растворяют в растворе азотной кислоты концентрацией 0,3 моль/дм3. Срок хранения раствора — не более 6 мес.

4.3.2.4 Градуировочные растворы элементов
Градуировочные растворы готовят путем разбавления в мерной посуде необходимого стандартного образца состава водного раствора элемента раствором азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/дм3 в соответствии с инструкцией по применению стандартного образца. В качестве градуировочных растворов могут применяться непосредственно стандартные образцы состава водных растворов элементов. Градуировочные

растворы каждого определяемого элемента должны охватывать весь рабочий диапазон измерения его массовой концентрации в пробах. Их число должно быть не менее трех.

Срок хранения приготовленных градуировочных растворов элементов с массовой концентрацией от 10 до 100 мг/дм3 в плотно закрытой посуде из полимерных материалов (кроме раствора серебра) — не более 2 мес; раствора серебра в посуде из темного стекла — не более 14 сут; градуировочных растворов элементов с массовой концентрацией от 1 до 10 мг/дм3 в плотно закрытой пластиковой посуде (кроме раствора серебра) — не более 1 мес; раствора серебра в посуде из темного стекла — не более 7 сут; градуировочных растворов элементов с массовой концентрацией от 0,1 до 1 мг/дм3 в плотно закрытой пластиковой посуде (кроме раствора серебра) — не более 7 сут. Хранят растворы в холодильнике при температуре от 4 °С до 8 °С. Градуировочные растворы элементов массовой концентрации менее 0,1 мг/дм3 и серебра — менее 1 мг/дм3 используют свежеприготовленными.

4.3.2.5. Холостая проба — бидистиллированная (деионизированная) вода, содержащая все вещества и в таких концентрациях, которые добавляют к анализируемой пробе.

4.3.2.6. Контроль чистоты применяемых реактивов проводят по холостой пробе. Измеренное в ней по **4.4** содержание определяемых элементов должно быть менее значения нижней границы установленного диапазона измерений. В противном случае используют реактивы более высокой чистоты или проводят их дополнительную очистку, например, методом перегонки.

4.3.3 Подготовка прибора
Атомно-абсорбционный спектрометр (спектрофотометр) с электротермическим атомизатором подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации. Режимы работы прибора и программу нагрева печи устанавливают в соответствии с рекомендациями изготовителя прибора. Рекомендуемые режимы проведения измерений приведены в **Приложении А**. При этом для конкретного типа прибора оптимальные режимы работы устанавливают экспериментально.

4.3.4 Градуировка прибора
Градуировку прибора проводят перед началом измерений подготовленных проб. Для получения градуировочной характеристики в режимах, установленных по **4.3.3**, не менее трех раз измеряют значение атомного поглощения холостой пробы, а затем — каждого градуировочного раствора определяемого элемента, приготовленного по **4.3.2.4**, как правило, в порядке возрастания концентрации. По результатам измерений определяют градуировочную зависимость среднего значения атомного поглощения конкретного элемента с учетом среднего значения атомного поглощения холостой пробы от массовой концентрации элемента в анализируемом градуировочном растворе.

4.3.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики
Стабильность градуировочной характеристики контролируют не менее чем через каждые 15 анализируемых подряд проб воды. Для контроля стабильности градуировочной характеристики измеряют приготовленный градуировочный раствор, в котором массовая концентрация элемента находится вблизи рабочего диапазона измерений этого элемента в анализируемой партии проб.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если выполняется условие

$$100|\mathrm{C} - \mathrm{C_к}| \leq 0,5 \cdot \delta \cdot \mathrm{C_к}\ , \quad (1)$$

где $\mathrm{C_к}$ — действительное значение массовой концентрации элемента в градуировочном растворе, мг/дм3;

С — измеренное значение массовой концентрации элемента в этом же градуировочном растворе, мг/дм3;

$\delta$ — границы допускаемой относительной погрешности (см. **таблицу 1**), %.

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

4.3.6 Подготовка проб

4.3.6.1. К пробе анализируемой воды, если ее не консервировали после отбора, добавляют концентрированную азотную кислоту из расчета 2,0 см3 азотной кислоты на 200 см3 воды. Если пробу консервировали, то добавляют 1,0 см3 азотной кислоты на 200 см3 воды. Раствор тщательно перемешивают и выдерживают не менее 2 ч. Если в подкисленной пробе находятся заметные глазу взвешенные частицы, то перед проведением измерений ее фильтруют.

4.3.6.2. При необходимости разбавления исходной пробы воды, а также для устранения возможного мешающего влияния матрицы подготовленные по **4.3.6.1** пробы разбавляют раствором азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/дм3.

Для проверки наличия мешающего влияния матрицы из подготовленной по **4.3.6.1** пробы отбирают аликвотную часть и разбавляют ее в 5 — 10 раз раствором азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/дм3. Исходную и разбавленную пробы измеряют по **4.4**.

Мешающие влияния считают незначимыми, если выполняется условие

$$|K_{\text{р}}\text{C}_{\text{р}} - \text{C}\,| \le \sqrt{(0,01 \cdot \delta \cdot K_{\text{р}} \cdot \text{C}_{\text{р}})^2 + (0,01 \cdot \delta \cdot \text{C}\,)^2}\,, \quad (2)$$

где $K_{\text{р}}$ — кратность разбавления исходной пробы;

$\text{C}_{\text{р}}$ — массовая концентрация элемента в разбавленной пробе, мг/дм3;

С — массовая концентрация элемента в исходной пробе, мг/дм3;

$\delta$ — границы допускаемой относительной погрешности (см. **таблицу 1**) для соответствующего значения $\text{C}_{\text{р}}$ и С, %.

В случае загрязнения графитовой печи при измерении проб с содержанием определяемого элемента, выходящим за верхнюю границу диапазона измерений, необходимо провести ее отжиг до тех пор, пока сигнал при определении холостой пробы не вернется к исходному уровню.

**4.4 Порядок проведения измерений**

4.4.1. Измерение массовой концентрации элементов проводят в соответствии с требованиями руководства (инструкции) по эксплуатации спектрометра (спектрофотометра).

4.4.2. Устанавливают оптимальные режимы измерений для конкретного элемента в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации спектрометра.

4.4.3. Аликвотную часть подготовленной по **4.3.6** пробы вводят дозирующим устройством (микродозатором) в графитовую печь спектрометра. Нагревание пробы проводят в токе инертного газа (аргона) по программе, включающей высушивание, озоление, атомизацию пробы и отжиг печи. При измерении железа, кобальта, марганца, меди, мышьяка, никеля, свинца, серебра и цинка допускается использовать в качестве инертного газа азот. Измерение атомного поглощения элемента в каждой пробе проводят не менее двух раз. Компенсацию неселективного поглощения осуществляют с использованием различных способов коррекции: непрерывного спектра дейтериевой лампой, на основе эффекта Зеемана и другие. Измеряемая

массовая концентрация определяемого элемента в пробе должна находиться в пределах найденной по **4.3.4** градуировочной зависимости.

4.4.4. Для повышения температуры озоления проб рекомендуется в графитовую печь атомизатора, перед введением в нее аликвотной части подготовленной пробы, добавлять модификатор, приготовленный по **4.3.2.3**, в соответствии с рекомендациями изготовителя прибора. При этом данную процедуру проводят и при градуировке прибора. Допускается добавлять модификатор матрицы непосредственно в анализируемые пробы, соответствующие градуировочные растворы и холостую пробу.

4.4.5 Холостой опыт

**Измеряют значение атомного поглощения холостой пробы, приготовленной по 4.3.2.5.**

**4.5 Метрологические характеристики**

Метод обеспечивает получение результатов измерения с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 1, при доверительной вероятности P = 0,95.

**Таблица 1**

Метрологические характеристики

| Наименование элемента | Массовая концентрация элемента, мг/дм3 | Показатель точности (границы **<*>** допускаемой относительной погрешности при вероятности P = 0,95) $\pm\delta$ , % |
|---|---|---|
| Алюминий | От 0,01 до 0,1 включ. | 40 |
| Барий | « 0,01 » 0,2 «» | 30 |
| Бериллий | « 0,0001 » 0,0005 «» | 50 |
| | Св. 0,0005 « 0,002 » | 25 |
| Ванадий | От 0,005 « 0,01 » | 50 |
| | Св. 0,01 « 0,05 » | 25 |
| Висмут | « 0,005 » 0,05 «» | 60 |
| | « 0,05 » 0,1 «» | 30 |
| Железо | От 0,04 « 0,25 » | 20 |
| Кадмий | « 0,0001 » 0,001 «» | 50 |
| | Св. 0,001 « 0,01 » | 25 |
| Кобальт | « 0,001 » 0,005 «» | 35 |
| | « 0,005 » 0,05 «» | 20 |
| Марганец | От 0,001 « 0,05 » | 20 |
| Медь | « 0,001 » 0,01 «» | 40 |
| | Св. 0,01 « 0,05 » | 20 |

| | | |
|---|---|---|
| Молибден | « 0,001 » 0,05 «» | 35 |
| | « 0,05 » 0,2 «» | 20 |
| Мышьяк | От 0,005 « 0,02 » | 50 |
| | Св. 0,02 « 0,05 » | 25 |
| | « 0,05 » 0,3 «» | 15 |
| Никель | От 0,001 « 0,05 » | 30 |
| Олово | « 0,005 » 0,02 «» | 40 |
| Свинец | « 0,001 » 0,01 «» | 40 |
| | Св. 0,01 « 0,05 » | 20 |
| Селен | От 0,002 « 0,05 » | 20 |
| Серебро | « 0,0005 » 0,01 «» | 40 |
| Сурьма | « 0,005 » 0,02 «» | 35 |
| Титан | « 0,1 » 0,5 «» | 40 |
| Хром | « 0,001 » 0,01 «» | 40 |
| | Св. 0,01 « 0,05 » | 25 |
| Цинк | От 0,001 « 0,05 » | 25 |
| <*> Установленные численные значения границ допускаемой относительной погрешности соответствуют численным значениям расширенной неопределенности (в относительных единицах) $U_{отн}$ при коэффициенте охвата k = 2. | | |

**4.6 Обработка результатов измерений**

4.6.1. По значениям атомного поглощения элемента в анализируемой пробе воды и в холостой пробе, используя градуировочную характеристику по **4.3.4**, определяют массовую концентрацию элемента в анализируемой пробе воды $X_i$ , мг/дм3.

4.6.2. За результат определения $\overline{X}$ , мг/дм3, принимают среднеарифметическое значение двух параллельных измерений анализируемого элемента, удовлетворяющих условию

$$200 \cdot |X_1 - X_2| \leq r \cdot |X_1 + X_2| \text{ , (3)}$$

где $X_1$ , $X_2$ – результаты параллельных измерений определяемого элемента, мг/дм3;

r – значение предела повторяемости для определяемого элемента (см. таблицу 2), %.

**Таблица 2**

Нормативы стабильности результатов измерений

| Наименование элемента | Массовая концентрация элемента, мг/дм3 | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при P = 0,95) r, % | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) R, % |
|---|---|---|---|
| Алюминий | От 0,01 до 0,1 включ. | 37 | 52 |
| Барий | « 0,01 » 0,2 «» | 28 | 39 |
| Бериллий | « 0,0001 » 0,0005 «» | 46 | 64 |
| | Св. 0,0005 « 0,002 » | 24 | 33 |
| Ванадий | « 0,005 » 0,01 «» | 46 | 64 |
| | « 0,01 » 0,05 «» | 24 | 33 |
| Висмут | « 0,005 » 0,05 «» | 56 | 78 |
| | « 0,05 » 0,1 «» | 28 | 39 |
| Железо | От 0,04 « 0,25 » | 21 | 29 |
| Кадмий | « 0,0001 » 0,001 «» | 46 | 64 |
| | Св. 0,001 « 0,01 » | 24 | 33 |
| Кобальт | « 0,001 » 0,005 «» | 33 | 46 |
| | « 0,005 » 0,05 «» | 21 | 29 |
| Марганец | От 0,001 « 0,05 » | 21 | 29 |
| Медь | « 0,001 » 0,01 «» | 37 | 52 |
| | Св. 0,01 « 0,05 » | 21 | 29 |
| Молибден | « 0,001 » 0,05 «» | 33 | 46 |
| | « 0,05 » 0,2 «» | 21 | 29 |
| Мышьяк | « 0,005 » 0,02 «» | 46 | 64 |
| | | " 0,02 " 0,05 " | 24 |
| | " 0,05 " 0,3 " | 16 | 21 |
| Никель | От 0,001 " 0,05 " | 28 | 39 |
| Олово | " 0,005 " 0,02 " | 37 | 52 |
| Свинец | " 0,001 " 0,01 " | 37 | 52 |
| | Св. 0,01 " 0,05 " | 22 | 30 |
| Селен | От 0,002 " 0,05 " | 22 | 30 |

| Наименование элемента | Массовая концентрация элемента, мг/дм3 | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при P = 0,95) r, % | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) R, % |
|---|---|---|---|
| Серебро | " 0,0005 " 0,01 " | 37 | 52 |
| Сурьма | " 0,005 " 0,02 " | 33 | 46 |
| Титан | " 0,1 " 0,5 " | 37 | 52 |
| Хром | " 0,001 " 0,01 " | 37 | 52 |
| | Св. 0,01 " 0,05 " | 24 | 33 |
| Цинк | От 0,001 " 0,05 " | 24 | 33 |

Если исходную анализируемую пробу разбавляли, то полученный результат умножают на кратность произведенного разбавления исходной пробы анализируемой воды.

При невыполнении условия (3) используют методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата измерений согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (пункт 5.2) или [1].

*Примечание.* При получении результатов измерений в двух лабораториях за результат измерений принимают среднеарифметическое значение результатов измерений, полученных в двух лабораториях $X_{1лаб}$ и $X_{2лаб}$ при выполнении условия

$$200 \cdot |X_{1лаб} - X_{2лаб}| \leq R \cdot (X_{1лаб} + X_{2лаб}) \text{ , (4)}$$

где R - значение предела воспроизводимости по таблице 2.

При невыполнении условия (4) для проверки приемлемости в условиях воспроизводимости каждая лаборатория должна выполнить процедуры согласно ГОСТ ИСО 5725-6 (подпункты 5.2.2, 5.3.2.2) или [1].

**4.7 Контроль показателей качества результатов измерений**

Контроль показателей качества результатов измерений в лаборатории предусматривает проведение контроля стабильности результатов измерений с учетом требований ГОСТ ИСО 5725-6 (раздел 6) или [2].

**4.8 Оформление результатов измерений**

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

4.8.2. Результаты измерений содержания элемента в анализируемой пробе X, мг/дм3, представляют в виде (при подтвержденном в лаборатории соответствии аналитической процедуры требованиям настоящего стандарта)

$\overline{X} \pm \Delta$ либо $\overline{X} \pm U$ , (5)

где $\overline{X}$ - результат измерений, полученный в соответствии с процедурой по 4.6, мг/дм3;

$\Delta$ - абсолютная погрешность измерений содержания элемента, мг/дм3, вычисляемая по формуле

$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{X}$ , (6)

если исходную пробу разбавляли, то значение $\Delta$ рассчитывают по формуле

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot K_{\text{р}} \cdot C_{\text{р}} \text{ , (7)}$$

где $\delta$ - границы допускаемой относительной погрешности измерения содержания элемента по **таблице 1**, %;

U - расширенная неопределенность при коэффициенте охвата k = 2, мг/дм3, рассчитываемая по формуле

$$U = 0,01 U_{\text{отн}} \cdot \overline{X} \text{ , (8)}$$

где $U_{\text{отн}}$ - расширенная неопределенность (в относительных единицах) при коэффициенте охвата k = 2 по **таблице 1**.

Допускается результат измерений представлять в виде

$\overline{X} \pm \Delta_{\text{лаб}}, \text{мг}/\text{дм}^3$ , (9)

при условии $\Delta_{\text{лаб}} < \Delta$ , где $\Delta_{\text{лаб}}$ - значение показателя точности измерений (доверительные границы абсолютной погрешности измерений), установленное при реализации настоящего метода в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений;

$\overline{X} \pm U_{\text{лаб}}, \text{мг}/\text{дм}^3$ , (10)

при условии $U_{\text{лаб}} < U$ , где $U_{\text{лаб}}$ - значение расширенной неопределенности, установленное при реализации настоящего метода в лаборатории с учетом [3] или [4] и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений в лаборатории.

*Примечание.* При необходимости (в соответствии с ГОСТ ИСО 5725-6, пункт 5.2) для результата измерения $\overline{X}$ указывается количество параллельных определений и способ установления результата измерений.

## 5. Определение содержания алюминия, бария, бериллия, бора, ванадия, висмута, вольфрама, железа, кадмия, калия, кальция, кобальта, кремния, лития, магния, марганца, меди, молибдена, мышьяка, натрия, никеля, олова, свинца, селена, серебра, стронция, сурьмы, теллура, титана, хрома, цинка методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (метод 2)

### 5.1 Сущность метода

Метод основан на измерении интенсивности излучения атомов определяемых элементов, возникающего при распылении анализируемой пробы в аргоновую плазму, индуктивно возбуждаемую радиочастотным электромагнитным полем.

Метод позволяет проводить измерения содержания элементов в растворе анализируемой пробы без разбавления в следующих диапазонах:

алюминия - от 0,01 до 50 мг/дм3;

бария - от 0,001 до 50 мг/дм3;

бериллия - от 0,0001 до 10 мг/дм3;

```
                              бора      - от 0,01 до 50 мг/дм3;

    ванадия   - от 0,001 до 50 мг/дм3;
    висмута   - от 0,05 до 10 мг/дм3;
```

вольфрама — от 0,05 до 10 мг/дм3;

```
    железа    - от 0,05 до 50 мг/дм3;
    кадмия    - от 0,0001 до 10 мг/дм3;
    калия     - от 0,05 до 500 мг/дм3;
    кальция   - от 0,01 до 50 мг/дм3;
    кобальта  - от 0,001 до 10 мг/дм3;
    кремния   - от 0,05 до 5,0 мг/дм3;
    лития     - от 0,001 до 50 мг/дм3;
    магния    - от 0,05 до 50 мг/дм3;
    марганца  - от 0,001 до 10 мг/дм3;
    меди      - от 0,001 до 50 мг/дм3;
```

молибдена — от 0,001 до 10 мг/дм3;

```
    мышьяка   - от 0,005 до 50 мг/дм3;
    натрия    - от 0,1 до 500 мг/дм3;
    никеля    - от 0,001 до 10 мг/дм3;
    олова     - от 0,005 до 5,0 мг/дм3;
    свинца    - от 0,003 до 10 мг/дм3;
    селена    - от 0,005 до 10 мг/дм3;
    серебра   - от 0,005 до 50 мг/дм3;
    стронция  - от 0,001 до 50 мг/дм3;
    сурьмы    - от 0,005 до 50 мг/дм3;
    теллура   - от 0,005 до 10 мг/дм3;
    титана    - от 0,001 до 50 мг/дм3;
    хрома     - от 0,001 до 50 мг/дм3;
    цинка     - от 0,005 до 50 мг/дм3.
```

На результаты определения массовой концентрации элемента в воде могут оказывать мешающие влияния другие элементы, приведенные в Приложении Б.

Метод может применяться для определения более высоких концентраций элементов после разбавления анализируемой пробы воды, но не более чем в 100 раз.

При необходимости достижения на используемом типе атомно-эмиссионного спектрометра с индуктивно связанной плазмой нижней границы диапазона измерений применяют специальную систему ввода пробы в спектрометр, например, ультразвуковое распыление пробы.

5.2. Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы — по 4.2 со следующими уточнениями:

атомно-эмиссионный спектрометр с радиочастотным электромагнитным генератором для возбуждения индуктивно связанной аргоновой плазмы, оборудованный устройством для контроля скоростей потока аргона, устройством для обработки выходных сигналов спектрометра с возможностью коррекции фоновых сигналов;

цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью 100 и 500 см3.

#### 5.3 Порядок подготовки к проведению измерений

5.3.1 Подготовка посуды — по 4.3.1.
5.3.2 Приготовление растворов
5.3.2.1. Раствор азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/дм3 — по 4.3.2.1.

5.3.2.2. Раствор разбавленной 1:1 азотной кислоты — по **4.3.2.2**.

5.3.2.3 Градуировочные растворы элементов — по **4.3.2.4**.
5.3.2.4 Градуировочные растворы смеси элементов
Градуировочные растворы смеси элементов серий «А» и «Б» готовят в соответствии с **Приложением В** непосредственно перед началом измерений путем смешения градуировочных растворов, приготовленных по **4.3.2.4**, соответствующей массовой концентрации и разбавлением раствором азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/дм3. Используют свежеприготовленные градуировочные растворы. Градуировочные растворы смеси элементов должны охватывать весь рабочий диапазон измерения массовой концентрации определяемого элемента в пробах. Число градуировочных растворов должно быть не менее двух.

Примечание. Для элементов висмут, литий, олово, кремний, теллур и вольфрам, как правило, используют однокомпонентные градуировочные растворы по **5.3.2.3**.

5.3.2.5 Холостая проба — по **4.3.2.5**.
5.3.2.6. Контроль чистоты применяемых реактивов — по **4.3.2.6**.

5.3.3 Подготовка прибора
Атомно-эмиссионный спектрометр подготавливают к работе в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации. Режимы работы прибора устанавливают в соответствии с рекомендациями изготовителя прибора. Рекомендуемые режимы проведения измерений приведены в **Приложении Б**. При этом для конкретного типа прибора оптимальные режимы устанавливают экспериментально.

5.3.4 Устранение мешающих влияний
Коррекцию фона при возникновении матричных эффектов и учет взаимного влияния измеряемых элементов за счет спектральных наложений (эффект интерференции) проводят при помощи программного обеспечения спектрометра в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра. Спектральных наложений избегают выбором альтернативной длины волны излучения элемента (см. **Приложение Б**). Исследование эффекта интерференции и расчет необходимых поправок, учитывающих возможное влияние интерферирующих элементов, проводят на стандартных образцах водных растворов элементов со значениями массовых концентраций элементов не менее 100 мг/дм3. Выбор точек коррекции фона проводят на наиболее типичных рабочих пробах воды и (или) градуировочных растворах смеси элементов путем измерения интенсивности фонового сигнала с одной или с двух сторон измеряемого спектрального пика элемента. Следует избегать выбора точек коррекции фона для определяемого элемента в области, в которой возможно появление спектральных линий других интерферирующих элементов.

5.3.5 Градуировка прибора
Градуировку спектрометра проводят перед началом измерений подготовленных проб. Для получения градуировочной характеристики в режимах, установленных по **5.3.3** и **5.3.4**, не менее двух раз измеряют на длине волны излучения определяемого элемента интенсивность атомного излучения холостой пробы и не менее двух градуировочных растворов, приготовленных по **5.3.2.3** или **5.3.2.4**. Определение градуировочной характеристики, обработка и хранение результатов градуировки спектрометра проводят с использованием программного обеспечения спектрометра.

5.3.6. Контроль стабильности градуировочной характеристики — по **4.3.5** не менее чем через каждые 20 анализируемых подряд проб воды.

5.3.7 Подготовка проб

К пробе анализируемой воды, если ее не консервировали после отбора, добавляют концентрированную азотную кислоту из расчета 1,0 см3 концентрированной азотной кислоты на 200 см3 воды. Значение pH подкисленной пробы подземной воды контролируют при помощи универсальной индикаторной бумаги и при необходимости добавляют в пробу азотную кислоту до pH менее 2. Раствор тщательно перемешивают и выдерживают не менее 2 ч. Если в подкисленной пробе находятся заметные глазом взвешенные частицы, то перед проведением измерений ее фильтруют.

При необходимости разбавления исходной пробы воды, а также для устранения возможного мешающего влияния матрицы пробы разбавляют раствором азотной кислоты молярной концентрации 0,3 моль/дм3.

*Примечание.* Если необходимо определить в пробе воды растворенные формы элементов, то пробу вначале фильтруют, а затем подкисляют.

**5.4 Порядок проведения измерений**

5.4.1. Измерение массовой концентрации элементов проводят при условиях, указанных в руководстве (инструкции) по эксплуатации спектрометра.

5.4.2. Устанавливают оптимальные режимы измерений по **5.3.3** и **5.3.4**.

5.4.3. Ввод в спектрометр подготовленной по **5.3.7** пробы и измерение атомного излучения элементов в анализируемой пробе проводят в соответствии с руководством (инструкцией) по эксплуатации спектрометра. Интенсивность излучения после прохождения света через дифракционную решетку монохроматора или полихроматора регистрируется одним или несколькими фоточувствительными устройствами, фототок которых измеряется и обрабатывается компьютерной системой спектрометра.

**5.5 Метрологические характеристики**

Метод обеспечивает получение результатов измерения с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, приведенных в таблице 3, при доверительной вероятности P = 0,95.

Таблица 3

Метрологические характеристики

| Наименование элемента | Массовая концентрация элемента, мг/дм3 | Показатель точности (границы **<*>** допускаемой относительной погрешности при вероятности P = 0,95) $\pm\delta$ , % |
|---|---|---|
| Алюминий | От 0,01 до 0,05 включ. | 32 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 24 |
| | « 0,5 » 50 «» | 16 |
| Барий | От 0,001 « 0,05 » | 26 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 20 |
| | « 0,5 » 50 «» | 15 |
| Бериллий | От 0,0001 « 0,001 » | 36 |
| | Св. 0,001 « 0,05 » | 32 |

| | | |
|---|---|---|
| | « 0,05 » 0,5 «» | 24 |
| | « 0,5 » 10 «» | 15 |
| Бор | От 0,01 « 0,05 » | 34 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 24 |
| | « 0,5 » 50 «» | 15 |
| Ванадий | От 0,001 « 0,05 » | 24 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 20 |
| | « 0,5 » 50 «» | 15 |
| Висмут | От 0,05 « 0,5 » | 24 |
| | Св. 0,5 « 10 » | 16 |
| Вольфрам | От 0,05 « 0,1 » | 30 |
| | Св. 0,1 « 1,0 » | 24 |
| | « 1,0 » 10 «» | 18 |
| Железо | От 0,05 « 0,5 » | 25 |
| | Св. 0,5 « 5,0 » | 15 |
| | « 5,0 » 50 «» | 10 |
| Кадмий | От 0,0001 « 0,001 » | 36 |
| | Св. 0,001 « 0,05 » | 32 |
| | « 0,05 » 1,0 «» | 24 |
| | « 1,0 » 10 «» | 10 |
| Калий | От 0,05 « 1,0 » | 24 |
| | Св. 1,0 « 10 » | 17 |
| | « 10 » 500 «» | 15 |
| Кальций | От 0,01 « 1,0 » | 24 |
| | Св. 1,0 « 50 » | 16 |
| Кобальт | От 0,001 « 0,05 » | 26 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 20 |
| | « 0,5 » 10 «» | 15 |
| Кремний | От 0,05 « 1,0 » | 24 |
| | Св. 1,0 « 5,0 » | 15 |
| Литий | От 0,001 « 0,1 » | 30 |
| | Св. 0,1 « 50 » | 18 |
| Магний | От 0,05 « 0,5 » | 24 |
| | Св. 0,5 « 50 » | 15 |

| | | |
|---|---|---|
| Марганец | От 0,001 « 0,05 » | 32 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 24 |
| | « 0,5 » 10 «» | 18 |
| Медь | От 0,001 « 0,05 » | 42 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 26 |
| | « 0,5 » 50 «» | 16 |
| Молибден | От 0,001 « 0,05 » | 26 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 20 |
| | « 0,5 » 10 «» | 15 |
| Мышьяк | От 0,005 « 0,02 » | 36 |
| | Св. 0,02 « 0,2 » | 26 |
| | « 0,2 » 50 «» | 15 |
| Натрий | От 0,1 « 1,0 » | 24 |
| | Св. 1,0 « 50 » | 15 |
| | « 50 » 500 «» | 10 |
| Никель | От 0,001 « 0,05 » | 36 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 26 |
| | « 0,5 » 10 «» | 15 |
| Олово | От 0,005 « 0,05 » | 34 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 24 |
| | « 0,5 » 5,0 «» | 15 |
| Свинец | От 0,003 « 0,01 » | 36 |
| | Св. 0,01 « 0,1 » | 25 |
| | « 0,1 » 10 «» | 20 |
| Селен | От 0,005 « 0,05 » | 26 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 20 |
| | « 0,5 » 10 «» | 15 |
| Серебро | От 0,005 « 0,05 » | 26 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 20 |
| | « 0,5 » 50 «» | 15 |
| Стронций | От 0,001 « 0,05 » | 26 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 20 |
| | « 0,5 » 10 «» | 15 |
| | « 10 » 50 «» | 10 |

| | | |
|---|---|---|
| Сурьма | От 0,005 « 0,05 » | 26 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 20 |
| | « 0,5 » 50 «» | 15 |
| Теллур | От 0,005 « 0,05 » | 36 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 26 |
| | « 0,5 » 10 «» | 15 |
| Титан | От 0,001 « 0,05 » | 36 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 26 |
| | « 0,5 » 50 «» | 16 |
| Хром | От 0,001 « 0,05 » | 26 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 20 |
| | « 0,5 » 50 «» | 15 |
| Цинк | От 0,005 « 0,05 » | 34 |
| | Св. 0,05 « 0,5 » | 24 |
| | « 0,5 » 25 «» | 18 |
| | « 25 » 50 «» | 10 |
| <*> Установленные численные значения границ допускаемой относительной погрешности соответствуют численным значениям расширенной неопределенности (в относительных единицах) $U_{отн}$ при коэффициенте охвата k = 2. | | |

5.6. Обработка результатов измерений — аналогична **4.6**, при этом используют градуировочную характеристику по **5.3.5** и значение предела повторяемости по таблице 4.

*Примечание.* Как правило, программное обеспечение атомно-эмиссионных спектрометров позволяет проводить многократное определение массовой концентрации элементов и рассчитывать значения повторяемости в автоматическом режиме.

Таблица 4

Нормативы стабильности результатов измерений

| **Наименование элемента** | **Массовая концентрация элемента, мг/дм3** | **Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при P = 0,95) r, %** | **Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) R, %** |
|---|---|---|---|
| Алюминий | От 0,01 до 0,05 включ. | 30 | 42 |
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 25 |
| | « 0,5 » 50 «» | 17 | 21 |
| Барий | От 0,001 « 0,05 » | 27 | 38 |

| Наименование элемента | Массовая концентрация элемента, мг/дм3 | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при P = 0,95) r, % | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) R, % |
|---|---|---|---|
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 22 |
| | « 0,5 » 50 «» | 14 | 20 |
| Бериллий | От 0,0001 « 0,001 » | 34 | 47 |
| | | Св. 0,001 « 0,05 » | 30 |
| | « 0,05 » 0,5 «» | 25 | 36 |
| | « 0,5 » 10 «» | 14 | 20 |
| Бор | От 0,01 « 0,05 » | 32 | 44 |
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 25 |
| | « 0,5 » 50 «» | 15 | 20 |
| Ванадий | От 0,001 « 0,05 » | 25 | 36 |
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 22 |
| | « 0,5 » 50 «» | 14 | 20 |
| Висмут | От 0,05 « 0,5 » | 25 | 36 |
| | Св. 0,5 « 10 » | 17 | 21 |
| Вольфрам | От 0,05 « 0,1 » | 28 | 39 |
| | | Св. 0,1 « 1,0 » | 25 |
| | « 1,0 » 10 «» | 20 | 28 |
| Железо | От 0,05 « 0,5 » | 26 | 37 |
| | | Св. 0,5 « 5,0 » | 14 |
| | « 5,0 » 50 «» | 11 | 15 |
| Кадмий | От 0,0001 « 0,001 » | 34 | 47 |
| | | Св. 0,001 « 0,05 » | 30 |
| | « 0,05 » 1,0 «» | 25 | 36 |
| | « 1,0 » 10 «» | 11 | 15 |
| Калий | От 0,05 « 1,0 » | 25 | 36 |
| | | Св. 1,0 « 10 » | 18 |
| | « 10 » 500 «» | 14 | 20 |
| Кальций | От 0,01 « 1,0 » | 25 | 36 |
| | Св. 1,0 « 50 » | 17 | 21 |

| Наименование элемента | Массовая концентрация элемента, мг/дм3 | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при P = 0,95) r, % | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) R, % |
|---|---|---|---|
| Кобальт | От 0,001 « 0,05 » | 27 | 38 |
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 22 |
| | « 0,5 » 10 «» | 14 | 20 |
| Кремний | От 0,05 « 1,0 » | 25 | 36 |
| | Св. 1,0 « 5,0 » | 14 | 20 |
| Литий | От 0,001 « 0,1 » | 28 | 39 |
| | Св. 0,1 « 50 » | 20 | 28 |
| Магний | От 0,05 « 0,5 » | 25 | 36 |
| | Св. 0,5 « 50 » | 14 | 20 |
| Марганец | От 0,001 « 0,05 » | 30 | 42 |
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 25 |
| | « 0,5 » 10 «» | 20 | 28 |
| Медь | От 0,001 « 0,05 » | 41 | 56 |
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 27 |
| | « 0,5 » 50 «» | 17 | 21 |
| Молибден | От 0,001 « 0,05 » | 27 | 38 |
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 22 |
| | « 0,5 » 10 «» | 14 | 20 |
| Мышьяк | От 0,005 « 0,02 » | 34 | 47 |
| | | Св. 0,02 « 0,2 » | 27 |
| | « 0,2 » 50 «» | 14 | 20 |
| Натрий | От 0,1 « 1,0 » | 25 | 36 |
| | | Св. 1,0 « 50 » | 14 |
| | « 50 » 500 «» | 11 | 15 |
| Никель | От 0,001 « 0,05 » | 34 | 47 |
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 27 |
| | « 0,5 » 10 «» | 14 | 20 |
| Олово | От 0,005 « 0,05 » | 32 | 44 |
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 25 |

| Наименование элемента | Массовая концентрация элемента, мг/дм3 | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при P = 0,95) r, % | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) R, % |
|---|---|---|---|
| | « 0,5 » 5,0 «» | 14 | 20 |
| Свинец | От 0,003 « 0,01 » | 34 | 47 |
| | | Св. 0,01 « 0,1 » | 26 |
| | « 0,1 » 10 «» | 22 | 31 |
| Селен | От 0,005 « 0,05 » | 27 | 38 |
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 22 |
| | « 0,5 » 10 «» | 14 | 20 |
| Серебро | От 0,005 « 0,05 » | 27 | 38 |
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 22 |
| | « 0,5 » 50 «» | 14 | 20 |
| Стронций | От 0,001 « 0,05 » | 27 | 38 |
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 22 |
| | « 0,5 » 10 «» | 14 | 20 |
| | « 10 » 50 «» | 11 | 15 |
| Сурьма | От 0,005 « 0,05 » | 27 | 38 |
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 22 |
| | « 0,5 » 50 «» | 14 | 20 |
| Теллур | От 0,005 « 0,05 » | 34 | 47 |
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 27 |
| | « 0,5 » 10 «» | 14 | 20 |
| Титан | От 0,001 « 0,05 » | 34 | 47 |
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 27 |
| | « 0,5 » 50 «» | 17 | 21 |
| Хром | От 0,001 « 0,05 » | 27 | 38 |
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 22 |
| | « 0,5 » 50 «» | 14 | 20 |
| Цинк | От 0,005 « 0,05 » | 32 | 44 |

| Наименование элемента | Массовая концентрация элемента, мг/дм3 | Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений при P = 0,95) r, % | Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами определений, полученными в условиях воспроизводимости при P = 0,95) R, % |
|---|---|---|---|
| | | Св. 0,05 « 0,5 » | 25 |
| | « 0,5 » 25 «» | 20 | 28 |
| | « 25 » 50 «» | 11 | 15 |

5.7. Контроль показателей качества результатов измерений — по **4.7**.

5.8. Оформление результатов измерений — аналогично **4.8**, при этом допускаемая неопределенность (погрешность) по **таблице 3**.

Приложение А

(справочное)

## РЕЖИМЫ ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ПО МЕТОДУ 1

Таблица А.1

Режимы проведения измерений по методу 1

| Символ элемента | Al | Ag | As | Ba | Be | Bi | Cd | Co | Cr | Cu | Fe |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Длина волны регистрации, нм | 309,3 396,2 | 328,1 | 193,7 | 553,6 | 234,9 | 223,1 | 228,8 | 240,7 242,5 | 357,9 | 324,7 | 248,3 |
| Озоление, °С | 800 | 400 | | 1200 | 900 | | 300 | 800 | 800 | 1000 | 800 |
| или при применении модификатора матрицы — (1) — раствор нитрата палладия, (2) — раствор нитрата магния: | | | | | | | | | | | |
| Озоление, °С | 1700 (2) | 1000 (1) | 1200 (1 + 2) | | 1600 (2) | 1100 (1 + 2) | 800 (1) | 1400 (2) | 1500 (2) | 1300 (1) | 1400 (2) |
| Атомизация, °С | 2500 | 1600 | 2000 | 2500 | 2400 | 1800 | 1700 | 2500 | 2500 | 2200 | 2400 |

Окончание таблицы А.1

| Символ элемента | Mn | Mo | Ni | Pb | Se | Sb | Sn | Ti | V | Zn |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Длина волны регистрации, нм | 279,5 | 313,3 | 232,0 | 283,3 | 196,0 | 217,6 | 286,3 | 364,3 | 318,4 | 213,9 307,6 |
| Озоление, °С | 800 | 1300 | 1100 | 500 | | 800 | | 1400 | 1200 | 1200 |
| или при применении модификатора матрицы — (1) — раствор нитрата палладия, (2) — раствор нитрата магния: | | | | | | | | | | |

| | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Озоление, °С | 1400 (2) | 1800 (1 + 2) | | 800 (2) | 1100 (1 + 2) | 1100 (1) | 1400 (1 + 2) | | | 700 (2) |
| Атомизация, °С | 2000 | 2600 | 2300 | 1900 | 1900 | 1800 | 2200 | 2650 | 2500 | 1800 |

Приложение Б

(справочное)

## РЕЖИМЫ ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ПО МЕТОДУ 2 И МЕШАЮЩИЕ ЭЛЕМЕНТЫ

Таблица Б.1

Режимы проведения измерений по методу 2 и мешающие элементы

| Символ элемента | Длина волны излучения, нм | Мешающие элементы |
|---|---|---|
| Ag | 328,068 | Mn |
| | 338,289 | Cr |
| Al | 167,080 | Fe |
| | | 308,215 |
| | 396,152 | Mo, Cu |
| As | 189,042 | Al, V, Co, Fe |
| | 193,759 | Fe, Al |
| B | 208,959 | Al, Mo |
| | | 249,678 |
| | 249,733 | Fe |
| Ba | 233,527 | Fe, V |
| | | 455,403 |
| | 493,409 | - |
| Bi | 223,061 | Cu |
| | 306,772 | Fe, V |
| Be | 234,861 | Fe |
| | 313,042 | V |
| Ca | 315,887 | Co, Mo |
| | | 317,933 |
| | 393,366 | - |
| Cd | 214,438 | Fe |
| | | 226,502 |
| | 228,802 | As, Co |
| Cr | 205,552 | Fe, Mo, Ni |
| | | 267,716 |

| Символ элемента | Длина волны излучения, нм | Мешающие элементы |
|---|---|---|
| | 283,563 | Fe, Mo |
| Co | 228,616 | Ti, Ba, Cd |
| | 238,892 | Fe, V |
| Cu | 324,754 | Ti, Mo, Ca |
| | 327,396 | - |
| Fe | 238,200 | Co |
| | | 259,940 |
| | 271,441 | Co, Ti |
| K | 766,490 | Mg |
| | 769,900 | - |
| Li | 460,286 | Fe |
| | 670,784 | - |
| Mg | 279,079 | - |
| | | 279,553 |
| | 285,210 | Fe |
| Mn | 257,610 | Fe, Mo, Cr |
| | 293,306 | Al, Fe |
| Mo | 202,030 | - |
| | | 203,844 |
| | 204,844 | - |
| Na | 330,237 | Cr |
| | | 588,995 |
| | 589,592 | - |
| Ni | 231,604 | Co, Ti |
| Pb | 220,353 | Co, Al, Ti |
| Sb | 206,833 | Cr, Mg, Co |
| | 217,581 | Mn |
| Se | 196,026 | Fe, Al |
| | 203,985 | - |
| Si | 212,412 | - |
| | | 251,611 |
| | 288,158 | - |
| Sn | 189,980 | Cr, Si |

| Символ элемента | Длина волны излучения, нм | Мешающие элементы |
|---|---|---|
| | 235,848 | Mo, Co |
| Sr | 421,552 | - |
| | | 407,771 |
| | 460,733 | - |
| Te | 214,281 | Al, Fe, Ti |
| Ti | 334,941 | Ca, Cr |
| | | 336,121 |
| | 337,280 | - |
| | 368,520 | Co, Cr |
| V | 292,402 | Fe, Mo, Cr |
| | | 290,882 |
| | 310,230 | - |
| | 311,071 | Fe, Mo, Ti |
| W | 207,911 | - |
| | | 209,860 |
| | 239,709 | - |
| Zn | 206,200 | Cr |
| | 213,856 | Ni, Cu, Fe |

Приложение В
(рекомендуемое)

## ПРИГОТОВЛЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНЫХ РАСТВОРОВ СМЕСИ ЭЛЕМЕНТОВ

Таблица В.1

Приготовление градуировочных растворов серии «А»

| Номер раствора | Наименование (символ) элементов в приготавливаемых градуировочных растворах смеси элементов | Массовая концентрация элементов в градуировочных растворах, приготовленных по 4.3.2.4, мг/дм3 | Объем отбираемой аликвотной части градуировочного раствора, приготовленного по 4.3.2.4, см3 | Вместимость мерной колбы для приготовления градуировочных растворов смеси элементов, см3 | Массовая концентрация элементов в градуировоч растворах сме элементов, мг/ дм3 |
|---|---|---|---|---|---|
| I | Be, Cd | 0,1 | 1,0 | 1000 | 0,0001 |
| II | Be, Cd, Cr, Cu, Co, Mn, Mo, Ni, Pb, Ti, V | 0,1 | 1,0 | 100 | 0,001 |
| III | Ag, As, Be, Cd, Cr, Cu, Co, Ni, Mn, Mo, Pb, Sb, Se, Ti, V, Zn | 0,1 | 5,0 | 100 | 0,005 |

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| IV | Ag, As, Al, Be, Cd, Cr, Cu, Co, Mo, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Ti, V, Zn | 10 | 1,0 | 1000 | 0,01 |
| V | Ag, As, Al, Be, Cd, Cr, Cu, Co, Mo, Mn, Ni, Pb, Sb, Se, Ti, V, Zn, Fe | 10 | 1,0 | 100 | 0,1 |
| VI | Ag, As, Al, Be, Fe, Cr, Co, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Ti, V, Zn | 1000 <*> | 1,0 | 100 | 10 |
| VII | Ag, As, Al, Fe, Cr, Sb, Ti, V, Zn | 1000 <*> | 5,0 | 100 | 50 |
| <*> Применяют ГСО соответствующих элементов, в которых в качестве растворителя использован раствор азотно или соляной кислот. | | | | | |

Таблица В.2

Приготовление градуировочных растворов серии «Б»

| Номер раствора | Наименование (символ) элементов в приготавливаемых градуировочных растворах смеси элементов | Массовая концентрация элементов в градуировочных растворах, приготовленных по **4.3.2.4**, мг/дм3 | Объем отбираемой аликвотной части градуировочного раствора, приготовленного по **4.3.2.4**, см3 | Вместимость мерной колбы для приготовления градуировочных растворов смеси элементов, см3 | Массовая концентрация элементов в градуировоч растворах сме элементов, мг/ дм3 |
|---|---|---|---|---|---|
| I | Ba, Sr | 0,1 | 1,0 | 100 | 0,001 |
| II | B, Ba, Sr | 0,1 | 10 | 100 | 0,01 |
| III | B, Ba, Ca, K, Mg, Sr | 10 | 10 | 1000 | 0,1 |
| IV | B, Ba, Ca, K, Mg, Na, Sr | 10 | 10,0 | 100 | 1,0 |
| V | B, Ba, Ca, K, Mg, Na | 1000 <*> | 1,0 | 100 | 10 |
| VI | Ca, Ba, K, Mg, Na | 1000 <*> | 5,0 | 100 | 50 |
| VII | K, Na | 1000 <*> | 50 | 100 | 500 |
| <*> Применяют ГСО соответствующих элементов, в которых в качестве растворителя использован раствор азотно или соляной кислот. | | | | | |

## БИБЛИОГРАФИЯ

1. Рекомендации **МИ 2881-2004** Государственная система обеспечения единства измерений. Методики количественного химического анализа. Процедуры проверки приемлемости результатов анализа. — ФГУП «УНИИМ», Екатеринбург, 2004

2. **Рекомендации** по межгосударственной Государственная система обеспечения стандартизации **РМГ 76-2004** единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

3. Руководство ЕВРОХИМ/СИТАК «Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях». 2-е издание, пер. с англ. — СПб, ВНИИМ им. Д.И. Менделеева, 2002

4. **Рекомендации** по стандартизации Государственная система обеспечения Р 50.1.060-2006 **<*>** единства измерений. Статистические методы. Руководство по использованию оценок повторяемости, воспроизводимости и правильности при оценке неопределенности измерений.

---

<*> Действуют в Российской Федерации.

---