

ЦЕНТР ИССЛЕДОВАНИЯ И КОНТРОЛЯ ВОДЫ

УТВЕРЖДАЮ

Главный инженер
Центра исследования и
контроля воды



Г.Ф. Глущенко
05 2005 г.



КАЧЕСТВО ВОДЫ

Методика выполнения измерений элементного состава питьевых, природных,
сточных вод и атмосферных осадков методом масс-спектрометрии
с ионизацией в индуктивно связанной плазме

ЦВ 3.18.05-2005

ФР.1.31.2005.01714

Действует с изменением № 1

Санкт-Петербург

2005

КАЧЕСТВО ВОДЫ.

Методика выполнения измерений элементного состава питьевой, природных, сточных вод и атмосферных осадков методом масс-спектрометрии с ионизацией в индуктивно связанной плазме

Water quality. Determination of elements in water. Method by ICP-MS

1 Область применения и принцип метода

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений (МВИ) массовой концентрации алюминия, бария, бериллия, ванадия, висмута, железа, кадмия, кальция, калия, кобальта, лития, магния, марганца, меди, молибдена, мышьяка, натрия, никеля, свинца, селена, серебра, серы, стронция, сурьмы, таллия, теллура, титана, тория, цинка, фосфора, хрома, урана в пробах питьевой, природных, сточных вод и атмосферных осадков методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС).

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

алюминий	от	0,005	мг/дм ³	до	10	мг/дм ³
барий	от	0,001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
бериллий	от	0,0001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
ванадий	от	0,0001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
висмут	от	0,001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
железо	от	0,01	мг/дм ³	до	50	мг/дм ³
кадмий	от	0,0001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
кальций	от	0,1	мг/дм ³	до	50	мг/дм ³
калий	от	0,1	мг/дм ³	до	50	мг/дм ³
кобальт	от	0,0001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
литий	от	0,001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
магний	от	0,1	мг/дм ³	до	50	мг/дм ³
марганец	от	0,0001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
медь	от	0,001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
молибден	от	0,0001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
мышьяк	от	0,0001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
никель	от	0,0001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
натрий	от	0,1	мг/дм ³	до	50	мг/дм ³
свинец	от	0,0001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
селен	от	0,001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
серебро	от	0,0001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
сера	от	1,0	мг/дм ³	до	50	мг/дм ³
стронций	от	0,001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
сурьма	от	0,0001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
таллий	от	0,0001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
титан	от	0,01	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
теллур	от	0,001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
торий	от	0,0001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
цинк	от	0,001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
хром	от	0,0001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³
фосфор	от	0,05	мг/дм ³	до	10	мг/дм ³
уран	от	0,0001	мг/дм ³	до	1,0	мг/дм ³

Если определяемые массовые концентрации выше указанных верхних границ диапазонов измерений, пробу следует разбавить деионизированной водой, но не более, чем в 100 раз. Кратность разбавления должна учитываться при расчете.

Принцип метода ИСП-МС: В высокочастотную индуктивно связанную аргоновую плазму, поддерживаемую в горелке при атмосферном давлении, при помощи перистальтического насоса вводится жидкая проба в аэрозольном состоянии. В плазменном факеле горелки происходит полное испарение микрокапель аэрозоля, термическая диссоциация вещества пробы на молекулы и атомы, возбуждение и ионизация атомов, эффективность которой для большинства элементов периодической системы в ИСП оказывается близка к 100%, причем практически все ионы оказываются однократно заряженными. Через отверстие в конусе пробоотборника происходит экстракция частиц из высокотемпературной зоны плазмы и дальнейшее их прохождение через систему электронных линз и квадрупольный масс-фильтр на детектор.

Каждый химический элемент периодической системы имеет уникальный ряд стабильных изотопов, соответствующих отношению массы этого изотопа к заряду, что позволяет точно идентифицировать присутствие данного элемента в пробе методом масс-спектрометрии. Соответствующие изотопы определяемых элементов выбираются в зависимости от состава матрицы анализируемой пробы. Для устранения мешающего влияния на выбранные изотопы определяемых элементов полиатомных ионов образующихся в плазме из состава матрицы пробы, реактивов и газов плазмы, применяют октопольную ячейку, которой оснащен спектрометр (ORS).

Аналитические сигналы хранятся в памяти компьютера и используются для расчетов и контроля работы прибора.

2 Нормативные ссылки

В настоящем документе использованы ссылки на следующие стандарты:

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

ГОСТ 12.0.004-90 ССБТ. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004-91 ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.

ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.4.009-83 ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.1.019-79 ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.021-75 ССБТ. Системы вентиляционные. Общие требования

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

ГОСТ 177-88 Водорода перекись. Технические условия

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

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

ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия

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

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

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

ГОСТ 24104-2001 Весы лабораторные. Общие технические требования

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

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТР 51592-2000 Вода. Общие требования к отбору проб

ГОСТР 51593-2000 Вода питьевая. Отбор проб

Примечание – При пользовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов по указателю «Национальные стандарты», составленному по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если ссылочный документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться замененным (измененным) стандартом. Если ссылочный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы

Масс-спектрометр с ионизацией в индуктивно связанной плазме модели Agilent 7500с фирмы Agilent или любой другой аналогичный, обладающий техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

Государственные стандартные образцы по ГОСТ 8.315 (ГСО) состава водных растворов ионов титана (IV), висмута, лития, теллура, фосфора, серы или их смеси с погрешностью аттестованного значения не более 2 %.

Примечание - При отсутствии в государственном реестре утвержденных типов СО необходимых ГСО допускается использовать аттестованные смеси водных растворов ионов элементов.

Многоэлементный стандартный водный раствор ионов железа, калия, кальция, натрия, магния, стронция, серебра, алюминия, мышьяка, бария, бериллия, кадмия, кобальта, хрома, меди, марганца, молибдена, никеля, свинца, сурьмы, селена, таллия, ванадия, цинка, тория, урана производства фирмы Agilent № 5183-4682 или любой другой аналогичный с погрешностью аттестованного значения не более 2 %.

Колбы мерные по ГОСТ 1770, 2-го класса точности.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227, 2-го класса точности.

Цилиндры по ГОСТ 1770.

Пробирки градуированные вместимостью 10 см³ по ГОСТ 1770.

Воронка стеклянная по ГОСТ 25336.

Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 210 г по ГОСТ 24104.

Фильтры бумажные обеззоленные, синяя лента, например, по ТУ 6-09-1678-86 или мембранные с диаметром пор 0,45 мкм.

Стаканы химические и термически стойкие по ГОСТ 25336.

Электроплита по ГОСТ 14919.

Пробирки из фторопласта емкостью 10 см³.

Кислота азотная, ос.ч. по ГОСТ 11125.

Перекись водорода по ГОСТ 177.

Вода бидистиллированная, или деионизированная (дистиллированная вода по ГОСТ 6709, перегнанная повторно или пропущенная через колонку с ионообменной смолой). Допускается использовать специализированную установку для получения деионизированной воды.

Индий металлический, х.ч.