

Утверждаю
Генеральный директор
ООО "Мониторинг"
Королева Т.М.
2008 г.

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ
МАССОВОЙ ДОЛИ ЭЛЕМЕНТОВ В ПРОБАХ ПОЧВ, ГРУНТОВ И
ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЯХ
МЕТОДАМИ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ И
АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ**

М-МВИ-80-2008

Санкт-Петербург

2008

Содержание

1	Назначение и область применения методики	3
2	Диапазоны измерений и характеристики погрешности	3
3	Измерение массовой доли металлов методом АЭС-ИСП	4
3.1	Метод измерений	4
3.2	Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы	4
3.2.1	Средства измерений	4
3.2.2	Вспомогательные устройства	6
3.2.3	Реактивы	6
3.3	Требования безопасности	7
3.4	Требования к квалификации оператора	7
3.5	Условия выполнения измерений	7
3.6	Отбор проб	7
3.7	Подготовка к выполнению измерений	7
3.7.1	Приготовление растворов	7
3.7.2	Подготовка прибора к измерениям	8
3.7.3	Приготовление градуировочных растворов	9
3.7.4	Установление градуировочных характеристик	9
3.8	Разложение проб	11
3.8.1	Разложение проб при определении подвижных форм элементов	11
3.8.2	Разложение проб при определении водорастворимых форм элементов	11
3.8.3	Разложение проб при определении кислоторастворимых форм элементов	11
3.8.4	Разложение проб с использованием микроволновой печи минерализатора на валовое содержание элементов в пробе	12
3.9	Выполнение измерений	13
3.10	Обработка результатов измерений	13
3.11	Представление результатов измерений	14
3.12	Контроль точности измерений	14
3.12.1	Контроль стабильности градуировочной характеристики	14
3.12.2	Контроль правильности с использованием образцов для контроля	15
4	Измерение массовой доли элементов методом ААС с пламенной и электротермической атомизацией	16
4.1	Диапазоны измерений и характеристики погрешности	16
4.2	Метод измерений	16
4.3	Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы	16
4.4	Требования безопасности	16
4.5	Требования к квалификации оператора	16
4.6	Условия выполнения измерений	16
4.7	Отбор проб	16
4.8	Подготовка к выполнению измерений	16
4.9	Выполнение измерений	19
4.10	Обработка результатов измерений	20
4.11	Представление результатов измерений	20
4.12	Контроль точности измерений	21
5	Выполнение измерений массовой доли ртути атомно-абсорбционным методом «холодного пара»	22
5.1	Диапазоны измерений и характеристики погрешности	22
5.2	Метод измерений	22
5.3	Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы	22
5.4	Требования безопасности	22
5.5	Требования к квалификации оператора	22
5.6	Условия выполнения измерений	22
5.7	Отбор проб	22
5.8	Подготовка к выполнению измерений	23
5.9	Выполнение измерений	24
5.10	Обработка результатов измерений	24
5.11	Представление результатов измерений	25
5.12	Контроль точности измерений	25
6	Список нормативных документов	26

1. Назначение и область применения методики

1.1 Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовой доли элементов в пробах (образцах) всех типов почв, грунтов и донных отложений тремя методами: атомно-эмиссионной спектрометрии (АЭС), атомно-абсорбционной спектрометрии (ААС-ЭТ, ААС пламя), атомно-абсорбционной спектрометрии «холодного пара» (ААС ХП).

1.2 Пробы, анализируемые по настоящей методике, отбираются иготавливаются к анализу в соответствии с нормативными документами, распространяющимися на почвы (ГОСТ 17.4.4.02, ГОСТ 28168, ПНД Ф 12.1:2.2.2.3.2-02-03 и др.), на грунты (ГОСТ 12071 и др.), на донные отложения (ГОСТ 17.1.5.01 и др.), ГОСТ 5180.

Пробы предоставляются на анализ с сопроводительным документом (актом, протоколом), содержащим информацию, предусмотренную ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025-2006, п.5.10.3.2.

1.3. Методика позволяет определять валовое содержание элементов, а также элементы, находящиеся только в подвижной, водорастворимой или кислоторастворимой формах.

1.4. Перечень определяемых элементов и их формы указываются в задании (заявке) на проведение измерения (анализа).

1.5 Лаборатория выбирает способ разложения пробы и метод анализа в зависимости от поставленной в заявке задачи, руководствуясь табл. 1, а также п 3.8.

2. Диапазоны измерений и характеристика погрешности

2.1. Диапазоны измерений массовой доли элемента для каждого метода приведены в табл.1

Таблица 1 - Диапазон измерений массовой доли элемента

Определяемый элемент	Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента, мг/кг (млн ⁻¹)*, **			
	Метод АЭС-ИСП	Метод ААС		Метод ААС-ХП
		ЭТ	Пламя	
Алюминий	от 5,0 до 5,0·10 ⁴	от 5,0 до 5,0·10 ⁴	от 5,0 до 5,0·10 ⁴	-
Бром	от 5,0 до 1,0·10 ³	-	-	-
Бор	от 5,0 до 1,0·10 ³	-	-	-
Бериллий	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 0,50 до 1,0·10 ³	от 5,0 до 1,0·10 ³	-
Барий	от 5,0 до 5,0·10 ³	-	от 5,0 до 5,0·10 ³	-
Ванадий	от 5,0 до 1,0·10 ³	от 5,0 до 1,0·10 ³	от 5,0 до 1,0·10 ³	-
Висмут	от 5,0 до 1,0·10 ³	от 5,0 до 1,0·10 ³	от 5,0 до 1,0·10 ³	-
Вольфрам	от 5,0 до 1,0·10 ³	-	-	-
Железо	от 0,5 до 5,0·10 ³	от 0,5 до 5,0·10 ³	от 5,0 до 5,0·10 ³	-
Кальций	от 5,0 до 5,0·10 ³	от 5,0 до 5,0·10 ³	от 5,0 до 5,0·10 ³	-
Калий	от 5,0 до 5,0·10 ⁵	-	от 5,0 до 5,0·10 ⁵	-
Кадмий	от 0,05 до 1,0·10 ³	от 0,05 до 1,0·10 ³	от 1,0 до 5,0·10 ³	-
Кобальт	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 1,0 до 5,0·10 ³	-
Кремний	от 0,5 до 1,0·10 ⁵	от 0,5 до 1,0·10 ⁵	от 5,0 до 5,0·10 ³	-
Магний	от 5,0 до 5,0·10 ⁵	от 5,0 до 5,0·10 ⁵	от 5,0 до 5,0·10 ⁵	-
Марганец	от 0,5 до 5,0·10 ³	от 0,5 до 5,0·10 ³	от 1,0 до 5,0·10 ³	-
Медь	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 1,0 до 5,0·10 ³	-
Молибден	от 1,0 до 1,0·10 ³	от 1,0 до 1,0·10 ³	от 5,0 до 5,0·10 ³	-
Мышьяк	от 0,05 до 1,0·10 ³	от 0,05 до 1,0·10 ³	от 1,0 до 5,0·10 ³	-
Натрий	от 5,0 до 5,0·10 ⁵	-	от 5,0 до 5,0·10 ⁵	-

Определяемый элемент	Диапазон измерений массовой доли определяемого элемента, мг/кг (млн ⁻¹)*, **			
	Метод АЭС-ИСП	Метод ААС		Метод ААС-ХП
		ЭТ	Пламя	
Никель	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 1,0 до 5,0·10 ³	-
Олово	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 5,0 до 5,0·10 ³	-
Ртуть***	-	-	-	от 0,005 до 1,0·10 ³
Свинец	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 1,0 до 5,0·10 ³	-
Селен	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 1,0 до 1,0·10 ³	-
Серебро	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 5,0 до 5,0·10 ³	-
Стронций	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 5,0 до 5,0·10 ³	-
Сурьма	от 5,0 до 1,0·10 ³	от 5,0 до 1,0·10 ³	от 1,0 до 5,0·10 ³	-
Таллий	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 1,0 до 5,0·10 ³	-
Теллур	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 1,0 до 1,0·10 ³	-
Титан	от 5,0 до 5,0·10 ³	от 5,0 до 5,0·10 ³	от 5,0 до 5,0·10 ³	-
Хром	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 1,0 до 5,0·10 ³	-
Цинк	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 0,5 до 1,0·10 ³	от 1,0 до 5,0·10 ³	-

* Верхняя граница диапазона измерений массовой доли элементов указана с учетом возможного разбавления раствора анализируемой пробы, но не более чем в 1000 раз

** В соответствии с международной системой единиц СИ массовая доля компонента В, которая по определению есть «отношение массы компонента В к массе смеси», является безразмерной величиной, т.е. ее основная единица по СИ – «1». Для обозначения дольных единиц, составляющих 1·10⁻², 1·10⁻³ и 1·10⁻⁶ от основной, приняты специальные наименования и обозначения: процент, %; промилле, ‰; миллионная доля, млн⁻¹ (международное обозначение – ppm). Отсюда следует, что используемая ранее в аналитической литературе несистемная единица «мг/кг» численно равна принятой в настоящем документе системной единице млн⁻¹.

*** Допускается определять ртуть методами АЭ-ИСП, ААС при наличии гидридной приставки.

«-» означает, что метод не применяли для анализа элемента.

2.2 Границы суммарной относительной погрешности измерений ($\pm \delta$ при доверительной вероятности $P=0,95$) ± 30 %.

П р и м е ч а н и е: Соответствуют относительной расширенной неопределённости измерений при коэффициенте охвата, равном 2)

3 Измерение массовой доли элементов методом АЭС-ИСП

3.1 Метод измерений

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

3.1.2 Раствор получают одним из указанных в п. 3.8 способов разложения.

3.1.3 Разложение проб при определении валового содержания элементов проводят методом микроволнового разложения; при определении подвижных форм элементов по ГОСТ 26483 (п. 4), ГОСТ 26204 (п. 4), ГОСТ 26206 (п.4), РД 52.18.289 (п.4, 5), при определении кислоторастворимых форм по РД 52.18.191-89 (п.4, 5).

3.2 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.2.1 Средства измерений

3.2.1.1 Атомно-эмиссионный спектрометр любого типа с генератором возбуждения индуктивно-связанной аргоновой плазмы и устройством для обработки выходных