

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

УТВЕРЖДАЮ

**Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды**

А.А.Соловьянов



А.А.Соловьянов 1998г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ПОЧВ

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ СОДЕРЖАНИЯ
МЕТАЛЛОВ
В ТВЕРДЫХ ОБЪЕКТАХ
МЕТОДОМ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ
ПЛАЗМОЙ**

ПНД Ф 16.1:2.3:3.11 -98

**Методика допущена для целей государственного
экологического контроля**

**МОСКВА
1998г.**

(издание 2005 г.)

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена Главным управлением аналитического контроля и метрологического обеспечения природоохранной деятельности (ГУАК) и Главным метрологом Госкомэкологии России.

Главный метролог
Госкомэкологии России



Начальник ГУАК



Г.М.Цветков

Разработчик: Центр Исследования и Контроля Воды

Адрес: 195009, г. Санкт-Петербург, ул. Комсомола, д. 9, литер К.

Телефон/факс: (812) 542 72 38

1. Область применения и принцип метода.

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений (МВИ) массовой доли *алюминия, бария, бериллия, бора, ванадия, висмута, вольфрама, железа, иттрия, кадмия, кальция, калия, кобальта, лантана, лития, магния, марганца, меди, молибдена, мышьяка, натрия, никеля, олова, рубидия, свинца, селена, серы, серебра, скандия, стронция, сурьмы, таллия, теллура, титана, тория, урана, фосфора, хрома, церия, цезия, цинка* в твердых пробах (почвы, донные отложения, компосты, кеки, осадки очистных сооружений, горные породы, пробы растительного происхождения и др.) методом масс-спектрометрии с ионизацией в индуктивно связанной аргонной плазме (ИСП-МС) и атомно-эмиссионным методом с ионизацией в индуктивно связанной аргонной плазме (ИСП-АЭ) в следующих диапазонах:

алюминий	от 5,0	мг/кг	до 500000	мг/кг
барий	от 5,0	мг/кг	до 100000	мг/кг
бериллий	от 0,05	мг/кг	до 100000	мг/кг
бор	от 1,0	мг/кг	до 100000	мг/кг
ванадий	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
висмут	от 0,1	мг/кг	до 100000	мг/кг
вольфрам	от 0,1	мг/кг	до 100000	мг/кг
железо	от 5,0	мг/ кг	до 500000	мг/ кг
иттрий	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
кадмий	от 0,05	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
кальций	от 5,0	мг/ кг	до 500000	мг/ кг
калий	от 5,0	мг/ кг	до 500000	мг/ кг
кобальт	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
лантан	от 0,05	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
литий	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
магний	от 5,0	мг/ кг	до 500000	мг/ кг
марганец	от 0,1	мг/ кг	до 500000	мг/ кг
медь	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
молибден	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
мышьяк	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
натрий	от 5,0	мг/ кг	до 500000	мг/ кг
никель	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
олово	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
рубидий	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
свинец	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
селен	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
сера	от 50	мг/ кг	до 500000	мг/ кг
серебро	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
скандий	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг

стронций	от 0,1	мг/ кг	до 500000	мг/ кг
сурьма	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
таллий	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
теллур	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
титан	от 5,0	мг/ кг	до 500000	мг/ кг
торий	от 0,05	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
уран	от 0,05	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
фосфор	от 5,0	мг/ кг	до 500000	мг/ кг
церий	от 0,05	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
хром	от 0,1	мг/ кг	до 100000	мг/ кг
цезий	от 0,1	мг/кг	до 100000	мг/кг
цинк	от 5,0	мг/ кг	до 500000	мг/ кг

Методы измерения предполагают перевод элементов из твердых объектов в раствор анализируемой пробы смесью сильных кислот и окислителей. Выбор способа разложения зависит от природы анализируемой пробы.

Методы ИСП - АЭ и ИСП - МС основаны на зависимости аналитического сигнала определяемого металла от его концентрации в растворе анализируемой пробы.

Метод ИСП-АЭ основан на измерении интенсивности спектральной линии излучения атома определяемого элемента, переведенного в возбужденное состояние. Интенсивность излучения зависит от значения массовой концентрации элемента в растворе анализируемой пробы. 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 микро капель аэрозоля, термическая диссоциация вещества пробы на молекулы и атомы, возбуждение и ионизация атомов, эффективность которых для большинства элементов оказывается близка к 100%. Во время нахождения в плазме (2 - 3 миллисекунды) атомы или молекулы при переходе из возбужденного в основное состояние излучают свет на длине волны, характерной для определяемого элемента. Этот эффект используется в методе атомно-эмиссионной спектроскопии. Излучение фиксируется фотоэлектронными умножителями (ФЭУ), которые преобразуют его в цифровой сигнал.

В методе ИСП-МС источником возбужденных ионов служит так же аргоновая плазма, но каждый химический элемент периодической системы имеет уникальный ряд стабильных изотопов, что позволяет точно идентифицировать присутствие данного элемента в пробе методом масс-спектрометрии. В этом случае после плазмы частицы проходят через систему электронных линз и квадрупольный масс-фильтр на масс-детектор. Сигналы хранятся в памяти компьютера и используются для расчетов и для контроля работы прибора.

Перечень длин волн излучения определяемых элементов при использовании метода ИСП-АЭ приведен в таблице 1.