



ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЭЛЕМЕНТОВ (Al, Ag, As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Li, Mn, Mo, Ni, Pb, Se, Sr, Ti, V, Zn) В ПРОБАХ ПРИРОДНЫХ И СТОЧНЫХ ВОД

Методика М 01-46-2013

СТ РК 2318-2013

ПНД Ф 14.1:2.253-09

(Издание 2013 г.)

(ФР.1.31.2013.16682)

ПУ 62-2017

ВВЕДЕНИЕ

Методика предназначена для выполнения измерений массовой концентрации химических элементов (алюминия, бария, бериллия, ванадия, железа, кадмия, кобальта, лития, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, свинца, селена, серебра, стронция, титана, хрома, цинка) в пробах **природных и сточных вод** с использованием атомно-абсорбционного спектрометра с электротермической атомизацией «МГА-915/МГА-1000». В зависимости от пробоподготовки, возможно определение массовой концентрации растворенных форм элементов и/или суммы форм (т. н. валового содержания). На основе методики «ЛЮМЭК» разработан и введен в действие государственный стандарт Республики Казахстан **СТ РК 2318-2013** «Вода. Определение содержания элементов атомно-абсорбционным методом с электротермической атомизацией».

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Определение химических элементов производят методом беспламенной атомно-абсорбционной спектрометрии с использованием спектрометра «МГА-915/МГА-1000». Содержание элементов рассчитывается автоматически по предварительно установленной градуировочной зависимости.

ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

Диапазоны измеряемых концентраций (с учетом разбавления) приведены в таблице.

Элемент	Диапазон измерений, мг/л	Элемент	Диапазон измерений, мг/л
Алюминий	0,02 – 10	Молибден	0,001 – 1
Барий*	0,025 – 20	Мышьяк	0,005 – 1
Бериллий	0,0001 – 0,02	Никель	0,005 – 1
Ванадий	0,001 – 1	Свинец	0,002 – 1
Железо	0,05 – 20	Селен	0,002 – 1
Кадмий	0,0002 – 0,1	Серебро	0,005 – 0,5
Кобальт	0,0025 – 1	Стронций	0,001 – 70
Литий*	0,002 – 0,3	Титан	0,02 – 1
Марганец	0,002 – 10	Хром	0,0025 – 10
Медь	0,001 – 1	Цинк	0,005 – 0,25 (213,9 нм) 0,25 – 10 (307,6 нм)

* только на спектрометрах «МГА-915МД» и «МГА-1000».

Минерализация проб должна быть не более 5 г/л.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующие оборудование и реактивы:

- атомно-абсорбционный спектрометр «МГА-915» (любая модификация, для определения Ba, Li – только «МГА-915МД») или «МГА-1000»;
- СО состава раствора ионов определяемых элементов;
- вода бидистиллированная;
- кислота серная, х.ч.;
- кислота азотная, ос.ч. или имп.;
- кислота азотная, х.ч.;
- водорода перекись (30%), ос.ч.;
- палладия нитрат, имп., напр., производства фирмы «Merck», кат. № 107289;
- магния нитрат, имп., напр., производства фирмы «Merck», кат. № 105813;
- дозатор пипеточный одноканальный переменного объема 5–50 или 10–100 мкл.



ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводятся следующие работы: отбор, консервирование и подготовка проб к анализу, подготовка химической посуды к анализу, приготовление вспомогательных и градуировочных растворов, подготовка графитовой печи, экспресс-определение качества бидистиллированной воды, градуировка спектрометра и проверка качества построения градуировочной характеристики.

Отбор проб природной воды производят по ГОСТ 17.1.5.05-85, сточной воды по ПНД Ф 12.15.1-08. Объем отбираемой пробы составляет не менее 250 мл.

При определении **растворенных форм** элементов пробы фильтруют на месте отбора через мембранный фильтр с порами 0,45 мкм или через бумажный фильтр «синяя лента» и фильтрат консервируют азотной кислотой. Определение массовой концентрации элементов проводят непосредственно в этой подготовленной пробе.

При определении **валового содержания** элементов нефилтрованную пробу подкисляют таким же образом. Затем пробу нагревают с избытком азотной кислоты и перекиси водорода. Подготовленный раствор фильтруют через фильтр «синяя лента» и определяют в нем массовую концентрацию элементов.

При определении валового содержания элементов в пробах природной и сточной воды допускается проводить кислотную обработку проб с использованием СВЧ-минерализатора «МИНОТАВР®-2» производства Группы компаний «ЛЮМЭКС».

Градуировку спектрометра осуществляют в соответствии с «Руководством по эксплуатации спектрометра “МГА-915/МГА-1000”».

ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В графитовую печь атомизатора вводят дозатором от 10 до 40 мкл анализируемой пробы (в зависимости от ожидаемого содержания) и производят измерение в соответствии с выбранным режимом работы.

Все измерения проводят в соответствии с «Руководством по эксплуатации спектрометра “МГА-915/МГА-1000”» и ПУ 62-2017.

Сбор и обработку данных с последующим формированием отчета в удобном для пользователя виде осуществляют с использованием программного обеспечения, входящего в комплект поставки прибора.