



ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ЭЛЕМЕНТОВ (**As, Cd, Co, Cr, Cu, Hg, Mn, Ni, Pb, V, Zn**) В ПРОБАХ ПОЧВ, ГРУНТОВ, ДОННЫХ ОТЛОЖЕНИЙ И ОСАДКОВ СТОЧНЫХ ВОД

Методика М 03-07-2014
ПНД Ф 16.1:2.2.2:2.3.63-09

СТ РК 2.377-2015

(Издание 2014 г.)
(ФР.1.31.2014.18538)
ПУ 62-2017

ВВЕДЕНИЕ

Методика предназначена для выполнения измерений массовой доли химических элементов (ванадия, кадмия, кобальта, марганца, меди, мышьяка, никеля, ртути, свинца, хрома, цинка) в пробах **почв, грунтов, донных отложений** и **осадков сточных вод** методом атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием атомно-абсорбционного спектрометра с электротермической атомизацией серии «МГА».

На основе методики «ЛЮМЭКС» разработан и введен в действие государственный стандарт Республики Казахстан **СТ РК 2.377-2015** «Методика выполнения измерений массовой доли ванадия, кадмия, кобальта, марганца, меди, мышьяка, никеля, ртути, свинца, хрома и цинка в пробах почв, грунтов и донных отложений методом атомно-абсорбционной спектроскопии».

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на измерении резонансного поглощения света свободными атомами металлов, возникающего при его прохождении через слой атомного пара в электротермическом атомизаторе атомно-абсорбционного спектрометра. Массовая концентрация элементов определяется величиной интегрального сигнала абсорбции и рассчитывается автоматически по предварительно установленной градуировочной зависимости.

Извлечение различных форм элементов (кислоторастворимых, подвижных или валовых) из проб почв, грунтов и донных отложений проводится в соответствии с действующими нормативными документами.

ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

Диапазоны измеряемых массовых долей приведены в таблице.

Элемент	Диапазон измерений, мг/кг		
	Валовое содержание	Кислото-растворимые формы	Подвижные формы
Ванадий	1 – 4000	1 – 4000	
Кадмий	0,1 – 400	0,1 – 400	0,05 – 400
Кобальт	1 – 4000	1 – 4000	0,5 – 4000
Марганец	20 – 40.000	20 – 40.000	20 – 40.000
Медь	2,5 – 4000	2,5 – 4000	0,5 – 4000
Мышьяк		0,25 – 4000	
Никель	2,5 – 4000	2,5 – 4000	2,5 – 4000
Ртуть*	0,2 – 5000		
Свинец	2,5 – 4000	2, 5– 4000	1 – 4000
Хром	1 – 2000	1 – 2000	1 – 2000
Цинк	25 – 40.000	25 – 40.000	5 – 40.000

* измерения проводятся с использованием ртутно-гидридной приставки «РГП-915».



ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующие оборудование и реактивы:

- атомно-абсорбционный спектрометр «МГА-915» (любая модификация) или «МГА-1000»;
- ртутно-гидридная приставка «РГП-915» (для определения ртути);
- система микроволновой подготовки проб «МИНОТАВР®-2»;
- ГСО состава раствора ионов определяемых элементов;
- СО состава почв, грунтов, донных отложений и осадков сточных вод;
- дозатор пипеточный одноканальный переменного объема 5–50 или 10–100 мкл;
- вода бидистиллированная или деионизованная;
- кислота азотная, ос.ч.;
- кислота фтористоводородная, ос.ч.;
- кислота серная концентрированная, х.ч. или ос.ч.;
- кислота уксусная ледяная, х.ч.;
- водорода перекись (30%), ос.ч.;
- аммиак водный (25%), ч.д.а.;
- палладия нитрат, например, производства фирмы «Merck», кат. № 107289;
- магния нитрат, напр., производства фирмы «Merck», кат. № 105813;
- кислота гексахлорплатиновая, напр., производства фирмы «Merck», кат. № 8.0734.0001;
- калия бихромат, х.ч.;
- калия перманганат, имп., напр., производства фирмы «Fluka», кат. № 60458;
- гидроксилamina гидрохлорид, ч.д.а.;
- олова (II) хлорид, 2-х водный, ч.д.а.

ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

Отбор, транспортирование и хранение проб осуществляется в соответствии с действующими нормативными документами, например, для почв – по ГОСТ 17.4.3.01-83, ГОСТ 17.4.4.02-84, ГОСТ 28168-89, проб грунтов – по ГОСТ 12071-2014, проб тепличных грунтов – по ГОСТ 27753.1-88, проб донных отложений водоемов – по ГОСТ 17.1.5.01-80. Пробы осадков сточных вод отбирают согласно ПНД Ф 12.1:2.2:2.3.2-03.

Предварительная подготовка проб включает сушку, дробление, просеивание, деление и размол в соответствии с ГОСТ ISO 11464-2015 (для почв, глин, грунтов, донных отложений) и ГОСТ 27753.2-88 (для тепличных грунтов).

Подготовка проб при определении валового содержания элементов (кроме ртути) заключается в обработке пробы, предварительно прокаленной при температуре от 400°C до 450°C, фтористоводородной кислотой с последующим упариванием с азотной кислотой.

Подготовка проб при определении валового содержания ртути состоит в количественном извлечении ртути путем обработки пробы смесью азотной и серной кислот с последующим разрушением органических веществ раствором перманганата калия, восстановлением ртути до элементарного состояния и переноса в предварительно платинированную графитовую кювету спектрометра током аргона (метод «холодного пара»).

Кислоторастворимые формы элементов извлекают либо путем нагревания пробы с 5М раствором азотной кислоты согласно РД 52.18.191-89, либо путем обработки концентрированной азотной кислотой в микроволновой системе «МИНОТАВР®-2».

Подвижные формы элементов извлекают из пробы путем обработки пробы ацетатно-аммонийным буферным раствором с pH 4,8 в течение фиксированного времени.

Полученные вытяжки или минерализат фильтруют через фильтр «синяя лента» и определяют в них массовую концентрацию элементов.

ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В графитовую печь атомизатора вводят дозатором от 10 до 40 мкл анализируемой пробы (в зависимости от ожидаемого содержания элемента) и производят измерение в соответствии с выбранным режимом работы. Все измерения проводят в соответствии с «Руководством по эксплуатации спектрометра «МГА-915/1000»» 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.

Вся информация в данной листовке является справочной. По вопросу получения более подробной информации следует обращаться к разработчику методики – ГК «ЛЮМЭКС»: methodists@lumex.ru