



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 ВОД

Методика М 01-53-2013

(ФР.1.31.2013.16077)

ПУ 62-2017

Рекомендовано
ФГБУ «Гидрохимический
институт»

ВВЕДЕНИЕ

Методика предназначена для проведения мониторинга состояния и оценки загрязнения водных объектов токсичными элементами. Измерение массовой концентрации растворенных форм химических элементов в пробах **природных вод** осуществляется методом атомно-абсорбционной спектроскопии с использованием **атомно-абсорбционного спектрометра с электротермической атомизацией серии «МГА»**.

Концентрационные диапазоны методики охватывают все установленные ПДК и позволяют проводить измерение содержания элементов на уровнях, максимально близких к реально существующим в природных водах. Это дает возможность оценивать состояние водных объектов и наблюдать за его изменениями, а также решать ряд прикладных задач (расчет фоновых концентраций, трансграничных переносов, выноса веществ в моря и др.).

Методика «ЛЮМЭК» рекомендована ФГБУ «ГХИ» (Федеральное государственное бюджетное учреждение «Гидрохимический институт») для определения растворенных форм элементов в лабораториях Федеральной службы по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды (Росгидромета) и других ведомств, осуществляющих мониторинг загрязнения водных объектов.

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.

ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

Диапазоны измеряемых концентраций (с учетом разбавления) приведены в таблице. Элементы, концентрационные диапазоны которых были дополнительно расширены по сравнению с ПНД Ф 14.1:2.253-09 (ФР.1.31.2013.16682), выделены **жирным шрифтом**.

Элемент	Диапазон измерений, мг/л	Элемент	Диапазон измерений, мг/л
Алюминий	0,005 – 10	Мышьяк	0,005 – 1
Барий*	0,025 – 8	Никель	0,005 – 1
Бериллий	0,0001 – 0,005	Молибден	0,001 – 0,4
Ванадий	0,001 – 1	Свинец	0,0025 – 1
Железо	0,005 – 10	Селен	0,002 – 0,2
Кадмий	0,0001 – 0,02	Серебро	0,005 – 0,5
Кобальт	0,0025 – 1	Стронций	0,001 – 70
Литий*	0,002 – 0,3	Титан	0,01 – 1
Марганец	0,002 – 1	Хром	0,005 – 1
Медь	0,001 – 1	Цинк	0,002 – 10

* только на спектрометре «МГА-915МД» или «МГА-1000».

Минерализация проб должна быть не более 5 г/л.



ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующее оборудование и реактивы:

- атомно-абсорбционный спектрометр «МГА-915» (любая модификация, для определения Ва, Li – только «МГА-915МД») или «МГА-1000»;
- ГСО состава раствора ионов определяемых элементов;
- вода бидистиллированная или деионизированная;
- кислота серная концентрированная, х.ч.;
- кислота азотная концентрированная, ос.ч.;
- кислота азотная концентрированная, х.ч.;
- палладия нитрат, имп., напр., производства фирмы «Merck», кат. № 107289;
- магния нитрат, имп., напр., производства фирмы «Merck», кат. № 105813;
- дозатор пипеточный одноканальный переменного объема 10–100 мкл, например, фирмы «Biohit Corp.».

ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводятся следующие работы: отбор, фильтрование и консервирование проб, подготовка химической посуды к анализу, приготовление вспомогательных и градуировочных растворов, подготовка графитовой печи, контроль чистоты раствора разбавления и матричных модификаторов, градуировка спектрометра и проверка качества построения градуировочной характеристики.

Отбор проб воды производят по ГОСТ 17.1.5.05-85. Объем отбираемой пробы составляет не менее 250 мл. Отобранные пробы фильтруют через мембранный фильтр с порами 0,45 мкм (не позднее 4 часов после отбора) и затем подкисляют концентрированной азотной кислотой из расчета 3 мл на 1 л воды. Определение массовой концентрации элементов проводят непосредственно в этой подготовленной пробе.

ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В графитовую печь спектрометра вводят дозатором от 10 до 40 мкл анализируемой пробы (в зависимости от ожидаемого содержания элемента) и производят измерение в соответствии с выбранным режимом работы. Длительность единичного элементопределения составляет 1,5–2 мин. 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.