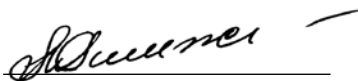


**МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ  
РЕСПУБЛИКИ БЕЛАРУСЬ**

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель министра здравоохранения,  
Главный государственный санитарный врач



М.И. Римжа

26 апреля 2005 г.

Регистрационный № 58–0505

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ  
КОНЦЕНТРАЦИЙ ИОНОВ ТЯЖЕЛЫХ  
МЕТАЛЛОВ В ПИТЬЕВОЙ ВОДЕ  
МЕТОДОМ АТОМНО-АБСОРБЦИОННОЙ  
СПЕКТРОМЕТРИИ С ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫМ  
СОРБЦИОННЫМ КОНЦЕНТРИРОВАНИЕМ  
ВОЛОКНИСТЫМ ХЕЛАТООБРАЗУЮЩИМ  
СОРБЕНТОМ ФИБАН X-1**

Инструкция по применению

**Учреждения-разработчики:** Республиканский научно-практический центр гигиены, Институт физико-органической химии НАН Беларуси

**Авторы:** канд. хим. наук Н.И. Марусич, д-р хим. наук, акад. В.С. Солдатов, канд. хим. наук Л.М. Кремко, Л.А. Орловская

В данной инструкции представлена методика выполнения измерений (МВИ) концентраций ионов цинка, меди, свинца, кадмия, никеля и марганца (II) в питьевой воде методом атомно-абсорбционной спектроскопии в пламени ацетилен-воздух с предварительным концентрированием их на волокнистом хелатообразующем сорбенте ФИБАН X-1 в диапазоне концентраций, приведенных в табл. 1.

## 1. НОРМЫ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Пределы допускаемой относительной погрешности измерений концентраций ионов тяжелых металлов в питьевой воде при доверительной вероятности 0,95 в заданных диапазонах концентраций приведены в табл. 1.

Таблица 1

**ПДК и пределы допускаемой относительной погрешности измерений концентраций ионов тяжелых металлов в питьевой воде при доверительной вероятности 0,95 в заданных диапазонах концентраций**

№ п/п	Исследуемый элемент	ПДК в питьевой воде, мг/дм <sup>3</sup> (табл. 2 СанПиН 10-124 РБ 99)	Диапазон определяемых концентраций в пробе воды, мг/дм <sup>3</sup>	Суммарная погрешность определения содержания металла в пробе воды, Δ%
1.	Цинк	не более 5,0	от 0,01 до 0,1 включ.*	9
2.	Медь	не более 1,0	от 0,01 до 0,5 включ.*	9
3.	Свинец	не более 0,03	от 0,015 до 0,25 включ.	10
4.	Кадмий	не более 0,001	от 0,0005 до 0,01 включ.	9
5.	Никель	не более 0,1	от 0,01 до 0,5 включ.	7
6.	Марганец (II)	не более 0,1	от 0,01 до 0,2 включ.	9

\*определение концентраций, превышающих указанные, проводят с использованием других методик, обеспечивающих прямое измерение элемента в исследуемом образце воды

## **2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ**

### **1. Средства измерений:**

– пламенный атомно-абсорбционный спектрометр AAS VARIO 6, оснащенный лампой для коррекции неселективного поглощения, распылителем и горелкой на 100 мм для пламени ацетилен-воздух, с записью результатов на компьютере в единицах концентрации (мг/л);

– весы электронные «СКАУТ» Sc 2020 (США) с наибольшим пределом взвешивания 200 г, ценой деления 0,01 г, стандартным отклонением 0,01 г, погрешностью измерения  $\pm 0,01$  г;

– рН-метр высокоомный рН-121 (ГОСТ 15150-69);

– цилиндры мерные 3-100-2, 3-1000-2 (ГОСТ 1770-74);

– колбы мерные 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2 (ГОСТ 1770-74);

– пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-2-2-5, 1-2-2-10 (ГОСТ 29227-91);

– пробирки П-2-15-14/23 ХС (ГОСТ 1770-74Е).

### **2. Вспомогательные устройства:**

– лампы с полым катодом для цинка, меди, свинца, кадмия, никеля, марганца;

– колонка для концентрирования длиной 70 и внутренним диаметром 13,5 мм, в качестве которой может быть использован шприц одноразовый,  $V = 5 \text{ см}^3$  (ГОСТ 24861-91);

– трубки соединительные из поливинилхлорида или силикона с внутренним диаметром 4 и 5 мм, в качестве которых могут быть использованы трубки от одноразового устройства для переливания крови;

– емкость для исследуемой воды, в качестве которой могут быть использованы делительная воронка объемом не менее 1 дм<sup>3</sup> (ГОСТ 25336-82) или пластиковая бутылка объемом не менее 1,5 дм<sup>3</sup>;

– трубка полипропиленовая наружным диаметром 4 мм;

– сосуд для десорбции длиной 85 и внутренним диаметром 15 мм, в качестве которого может быть использован шприц одноразовый,  $V = 10 \text{ см}^3$  (ГОСТ 24861-91);

– шкаф сушильный электрический, обеспечивающий поддержание заданного температурного режима от 40 до 200° С (для сушки посуды) (ГУ 64-1.1411-76);

- штатив лабораторный (ТУ 64-1.707-76);
- стакан химический ВН-100 (ГОСТ 19908-90);
- пробки пустотелые ПП 1 КШ 14/23 (ГОСТ 19908-90);
- пробка резиновая № 22;
- колба КН-1-200-29/32 ТС (ГОСТ 25336-82);
- секундомер (ТУ 25-1819.0021-90, ТУ 25-1894.003-90);
- штатив Бунзена, кольца, лапки, зажимы;
- пинцет медицинский (ГОСТ 21241-89Е);
- стеклоткань или стекловата (ГОСТ 10176-74).

### 3. Реактивы и материалы:

- волокнистый хелатообразующий сорбент ФИБАН Х-1 производства ГНУ «Институт физико-органической химии НАН Беларуси» (ТУ РБ 00185198.052-2000);
- цинк — государственный стандартный образец с массовой концентрацией ионов цинка 1 мг/см<sup>3</sup> (МСО 0032:1998);
- медь — государственный стандартный образец с массовой концентрацией ионов меди 1 мг/см<sup>3</sup> (ГСО 6073-91);
- свинец — государственный стандартный образец с массовой концентрацией ионов свинца 1 мг/см<sup>3</sup> (ГСО 6077-91);
- кадмий — государственный стандартный образец с массовой концентрацией ионов кадмия 1 мг/см<sup>3</sup> (ГСО 6070-91);
- никель — государственный стандартный образец с массовой концентрацией ионов никеля 1 мг/см<sup>3</sup> (ГСО 5230-90);
- марганец (II) — государственный стандартный образец с массовой концентрацией ионов марганца 1 мг/см<sup>3</sup> (ГСО 6071-91);
- бумага индикаторная универсальная рН 0–12 производства Лахема (Чехия);
- вода дистиллированная (ГОСТ 6709-72);
- кислота азотная, о.с.ч., d = 1,413 (ГОСТ 11125-84);
- кислота уксусная 99–100%, х.ч., d = 1,050 (ГОСТ 61-75);
- натрий уксуснокислый трехводный, х.ч. (ГОСТ 199-78);
- натрия гидроокись, ч.д.а. (ГОСТ 4328-74);
- ацетилен технический (ГОСТ 5457-75).

Могут быть использованы реактивы, средства измерений и вспомогательные устройства, по точности и квалификации не уступающие указанным в методике.

### **3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ**

МВИ концентраций ионов цинка, меди, свинца, кадмия, никеля и марганца (II) в питьевой воде основана на сорбции определяемых металлов из воды волокнистым хелатообразующим сорбентом ФИБАН X-1, десорбции их раствором азотной кислоты и анализе полученного элюата методом атомно-абсорбционной спектроскопии в пламени ацетилен-воздух на приборе, оснащенный корректором фона.

### **4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ**

1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005-88.

2. При выполнении измерений с использованием атомно-абсорбционного спектрометра соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

3. При работе с сосудами, работающими под давлением, соблюдают требования безопасности, установленные совместным приказом-постановлением МЧС и Министерством труда № 3345 от 30.04.1998 «Правила устройства и безопасности эксплуатации сосудов, работающих под давлением».

### **5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА**

К выполнению измерений допускают лиц, имеющих высшее образование, прошедших обучение, сдавших экзамен по обслуживанию установок и приборов, использующих сжиженные газы, изучивших работу на атомно-абсорбционном спектрометре и настоящую МВИ.

### **6. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ**

1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу согласно ГОСТ 15150-69, ГОСТ 27025-86 (СТСЭВ 804-77) осуществляют в следующих условиях:

- температура окружающего воздуха —  $20 \pm 5^\circ \text{C}$ ;
- атмосферное давление — 630–800 мм рт. ст.;
- относительная влажность воздуха — не более 80%.

2. Выполнение измерений на атомно-абсорбционном спектрометре проводят в условиях, рекомендуемых технической документацией к прибору и настоящей МВИ.

## **7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ**

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовку лабораторной посуды, измерительной и вспомогательной аппаратуры, приготовление растворов, отбор проб, подготовку проб к измерениям, градуировку прибора.

### **7.1. Подготовка лабораторной посуды**

Новую или используемую в лаборатории посуду моют концентрированной азотной кислотой, промывают водопроводной водой, ополаскивают дистиллированной водой, сушат (кроме пластиковой) в сушильном шкафу при температуре не ниже 105° С.

### **7.2. Подготовка атомно-абсорбционного спектрометра к работе**

Подготовку прибора к работе, его включение и выведение на рабочий режим осуществляют в соответствии с Инструкцией по эксплуатации.

### **7.3. Приготовление растворов**

#### ***7.3.1. Приготовление раствора азотной кислоты концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 Н)***

Для получения раствора азотной кислоты концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 Н) 63,7 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты ( $d = 1,413 \text{ г/см}^3$ ), отмеренные мерным цилиндром 3-100-2 и пипеткой 1-2-2-5, переносят в мерную колбу объемом 1000 см<sup>3</sup> с предварительно внесенной дистиллированной водой (400–600 см<sup>3</sup>) и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят в стеклянной посуде не более 1 года.

#### ***7.3.2. Приготовление раствора азотной кислоты концентрации 0,03 моль/дм<sup>3</sup> (0,03 Н)***

Для получения раствора азотной кислоты концентрации 0,03 моль/дм<sup>3</sup> (0,03 Н) 0,96 см<sup>3</sup> концентрированной азотной кислоты ( $d = 1,413 \text{ г/см}^3$ ), отмеренные пипеткой 1-1-2-2, переносят в мерную колбу объемом 500 см<sup>3</sup> с предварительно внесенной дис-

тиллированной водой (200–300 см<sup>3</sup>) и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят в стеклянной посуде не более 1 года.

### ***7.3.3. Приготовление раствора гидроокиси натрия концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 N)***

Взвешивают 4,0 г гидроокиси натрия в химическом стакане ВН-100 на электронных весах «СКАУТ» Sc 2020, добавляют примерно 40–60 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и перемешивают. Раствор количественно переносят в мерную колбу объемом 100 см<sup>3</sup> и доводят объем до метки дистиллированной водой. Хранят в полиэтиленовой посуде.

### ***7.3.4. Приготовление раствора уксуснокислого натрия концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup> (0,2 M)***

Для получения раствора уксуснокислого натрия концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup> (0,2 M) 2,72 г уксуснокислого натрия трехводного взвешивают на электронных весах «СКАУТ» Sc 2020. Навеску количественно переносят в мерную колбу объемом 100 см<sup>3</sup>, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в стеклянной посуде не более 2 мес.

### ***7.3.5. Приготовление раствора уксусной кислоты концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup> (0,2 M)***

Для получения раствора уксусной кислоты концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup> (0,2 M) 1,14 см<sup>3</sup> уксусной кислоты ( $d = 1,050$  г/см<sup>3</sup>) отбирают пипеткой 1-1-2-2 и переносят количественно в мерную колбу объемом 100 см<sup>3</sup> с предварительно внесенной дистиллированной водой (20–30 см<sup>3</sup>), доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор хранят в стеклянной посуде не более 2 мес.

### ***7.3.6. Приготовление ацетатного буферного раствора, рН 6,0 ± 0,5***

Ацетатный буферный раствор с рН 6,0 ± 0,5 готовят согласно ГОСТ 4919.2-77 «Методы приготовления буферных растворов». Для получения 100 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора с рН 6,0 ± 0,5 мерным цилиндром 3-100-2 отбирают 95,0 см<sup>3</sup> раствора уксуснокислого натрия концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup> (0,2 M)

и вносят в него 5,0 см<sup>3</sup> раствора уксусной кислоты концентрации 0,2 моль/дм<sup>3</sup> (0,2 М), отобранных пипеткой 1-2-2-5.

Раствор готовят непосредственно перед использованием.

### **7.3.7. Приготовление основных стандартных растворов**

Для приготовления основных стандартных растворов используют государственные стандартные образцы растворов металлов (ГСОРМ), содержащие 1 мг металла в 1 см<sup>3</sup> раствора. Основные стандартные растворы готовят, разбавляя ГСОРМ азотной кислотой концентрации 0,03 моль/дм<sup>3</sup> (0,03 Н).

Условия приготовления основных стандартных растворов приведены в табл. 2.

**Таблица 2**

**Приготовление основных стандартных растворов**

№ п/п	Изучаемый элемент	Заданная концентрация металла в растворе, мкг/см <sup>3</sup>	Мерная колба, см <sup>3</sup>	ГСОРМ, используемый для разбавления		
				Концентрация металла в растворе, мг/см <sup>3</sup>	Объем раствора, используемый для разбавления, см <sup>3</sup>	Пипетка, см <sup>3</sup>
1.	Цинк	10,0	100	1,0	1,0	1,0
2.	Медь	100,0	50	1,0	5,0	5,0
3.	Свинец	100,0	50	1,0	5,0	5,0
4.	Кадмий	10,0	100	1,0	1,0	1,0
5.	Никель	100,0	50	1,0	5,0	5,0
6.	Марганец (II)	100,0	50	1,0	5,0	5,0

Растворы концентрации 10 и 100 мг/дм<sup>3</sup> хранят при температуре окружающей среды 15–20° С в закрытом виде не более года (ГОСТ 30178-96 «Сырье и продукты пищевые. Атомно-абсорбционный метод определения токсичных элементов»).

### **7.3.8. Приготовление градуировочных растворов**

Градуировочные растворы готовят путем разбавления основных стандартных растворов азотной кислотой концентрации 0,03 моль/дм<sup>3</sup>. Серия градуировочных растворов состоит из четырех градуировочных растворов, содержащих все изучаемые элементы в концентрациях, приведенных в табл. 3.



Таблица 3

## Приготовление градуировочных растворов

Элемент	Заданная концентрация элемента в градуировочном растворе, мг/дм <sup>3</sup> (мкг/см <sup>3</sup> )	Мерная колба, см <sup>3</sup>	Концентрация элемента в основном стандартном растворе, мг/дм <sup>3</sup> (мкг/см <sup>3</sup> )	Объем основного стандартного раствора, применяемый для приготовления градуировочного раствора, см <sup>3</sup>	Объем, см <sup>3</sup>
Градуировочный раствор № 1					
Цинк	0,1	100	10,0	1,0	1
Медь	0,5		100,0	0,5	1
Свинец	1,0		100,0	1,0	1
Кадмий	0,05		10,0	0,5	1
Никель	1,0		100,0	1,0	1
Марганец (II)	0,5		100,0	0,5	1
Градуировочный раствор № 2					
Цинк	0,5	100	10,0	5,0	5
Медь	1,0		100,0	1,0	1
Свинец	2,0		100,0	2,0	2
Кадмий	0,2		10,0	2,0	2
Никель	2,0		100,0	2,0	2
Марганец (II)	1,0		100,0	1,0	1
Градуировочный раствор № 3					
Цинк	1,0	100	10,0	10,0	10
Медь	2,0		100,0	2,0	2
Свинец	5,0		100,0	5,0	5
Кадмий	0,5		10,0	5,0	5
Никель	5,0		100,0	5,0	5
Марганец (II)	2,0		100,0	2,0	2
Градуировочный раствор № 4					
Цинк	2,0	100	10,0	20,0	10
Медь	5,0		100,0	5,0	5
Свинец	10,0		100,0	10,0	10
Кадмий	1,0		10,0	10,0	10
Никель	10,0		100,0	10,0	10
Марганец (II)	5,0		100,0	5,0	5

Градуировочные растворы используют свежеприготовленными.

#### 7.4. Изготовление колонки для концентрирования

В нижней и верхней части поршня шприца емкостью 5 см<sup>3</sup> (рис. 1) просверливают два отверстия диаметром 4 мм друг напротив друга. В отверстия на поршне вставляют полипропиленовую трубку (2) диаметром 4 мм, нижний конец которой сплавляют по краям с поршнем, предварительно разогрев трубку на электрической плитке. Отверстие трубки остается незаплавленным. На верхний конец трубки надевают соединительную трубку с зажимом (5).

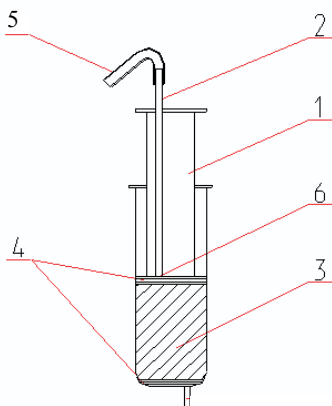


Рис. 1. Колонка для концентрирования:  
1 — поршень; 2 — полипропиленовая трубка; 3 — сорбент;  
4 — стеклоткань (стекловата);  
5 — соединительная трубка с зажимом; 6 — корпус

#### 7.5. Подготовка сорбента к работе

На электронных весах «СКАУТ» SC 2020 взвешивают 1,0 г сорбента ФИБАН X-1, затем помещают его в коническую колбу объемом 200 см<sup>3</sup>, заливают 100 см<sup>3</sup> ацетатного буферного раствора с рН 6,0 ± 0,5 и выдерживают при комнатной температуре не менее 10 мин. Подготовленным таким образом сорбентом заполняют колонку для концентрирования.

#### 7.6. Подготовка стеклоткани или стекловаты

Стеклоткань или стекловату выдерживают в концентрированной азотной кислоте не менее 6 ч, промывают водопроводной, затем дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу.

## 7.7. Подготовка системы для концентрирования к работе

Систему для концентрирования собирают из обычного лабораторного оборудования согласно схеме (рис. 2).

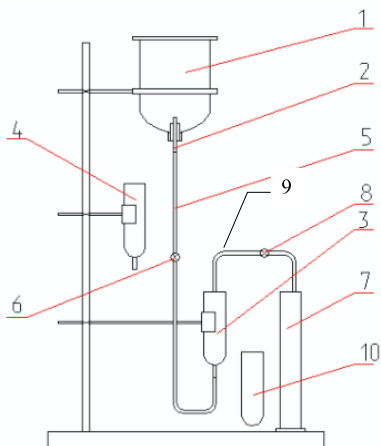


Рис. 2. Система для сорбционного концентрирования ионов тяжелых металлов волокнистым хелатообразующим сорбентом ФИБАН X-1:

- 1 — емкость для исследуемой воды; 2 — резиновая пробка;  
3 — колонка для концентрирования; 4 — сосуд для десорбции;  
5 — соединительная трубка; 6 — зажим; 7 — приемник для эффлюента;  
8 — зажим; 9 — соединительная трубка; 10 — сосуд для сбора элюата

1. Колонку (3), изготовленную в соответствии с п. 7.4, соединяют с емкостью для исследуемой воды (1) соединительной трубкой (5) подходящего диаметра и длины, обеспечивающей соединение емкости с колонкой, с зажимом (6).

2. Соединительную часть системы промывают и заполняют дистиллированной водой следующим образом: в емкость для исследуемой воды наливают 50 мл дистиллированной воды, открывают зажим (6). При этом вода заполняет соединительную трубку и колонку для концентрирования.

3. После заполнения системы водой зажим (6) закрывают.

4. На дно колонки, заполненной дистиллированной водой, с помощью пинцета помещают комочек стекловаты или стеклоткани, 1 г предварительно подготовленного в соответствии с п. 7.5 сор-

бента и снова слой стекловаты (стеклоткани), препятствующий забиванию системы волокнами (рис. 1). Поршень (1) вставляют в корпус (6) и уплотняют сорбент до высоты 4,0 см.

### **7.8. Градуировка прибора**

Градуировку прибора проводят перед началом измерений. Для получения градуировочных графиков по пять раз измеряют величину абсорбции холостой пробы (раствор азотной кислоты концентрации 0,03 моль/дм<sup>3</sup>), а затем каждого из четырех градуировочных растворов последовательно для каждого элемента. Измерения проводят в порядке возрастания концентраций элементов в растворах. По результатам измерений в автоматическом режиме строят градуировочные графики зависимости средних значений абсорбции каждого элемента от его массовой концентрации в анализируемых градуировочных растворах.

Контроль стабильности градуировочных графиков проводят согласно п. 11.1 настоящей методики.

## **8. ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБ**

Отбор проб производят согласно СТБ ГОСТ Р 51593-2001. Для анализа отбирают не менее 2 дм<sup>3</sup> воды. Срок хранения пробы — не более 3 сут.

### **8.1. Проведение сорбции**

Перед проведением сорбции величину рН исследуемой воды доводят до значения 6–8 добавлением растворов концентрированной азотной кислоты или гидроксида натрия концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> и контролируют с помощью индикаторной бумаги.

Сорбцию элементов проводят следующим образом (рис. 2):

1. Пробу воды объемом 1 дм<sup>3</sup>, отмеренную цилиндром 3-1000-2, переносят в емкость для исследуемой воды (1).

2. Открывают зажимы (6) и (8) и исследуемый образец воды пропускают через колонку для концентрирования (3) методом восходящего потока с начальной скоростью пропускания 30–40 мл/мин. Начальную скорость определяют путем измерения времени заполнения мерного цилиндра 3-100-2 с помощью секундомера и регулируют зажимом (6).

В качестве приемника для эфлюента (вода, прошедшая через колонку для концентрирования) используют сосуд (7) объемом не менее 1 дм<sup>3</sup>.

Концентрирование двух параллельных проб воды осуществляют одновременно на двух системах или последовательно на одной системе, проводя весь цикл до сбора элюата для каждой параллельной пробы.

## **8.2. Проведение десорбции (элюирования) исследуемых элементов**

Десорбцию проводят методом нисходящего потока следующим образом (рис. 2):

1. Перекрывают зажим (8).
2. Колонку для концентрирования (3) соединительной трубкой (9) соединяют с сосудом для десорбции (4).
3. Соединительную трубку (5) отсоединяют от колонки для концентрирования (3).
4. В сосуд для десорбции (4) вносят 10 см<sup>3</sup> HNO<sub>3</sub> концентрации 1 моль/дм<sup>3</sup> (1 Н), отмеренные пипеткой 1-2-2-10.
5. Открывают зажим (8) и начинают элюирование. Скорость элюирования — примерно 1 капля в секунду. Ее регулируют с помощью зажима (8). Первую порцию элюата, равную свободному объему системы (примерно 2 см<sup>3</sup>), отбрасывают, затем под колонку подставляют сосуд для сбора элюата (10), в качестве которого используют мерную пробирку П-2-15-14/23 ХС.
6. В пробирку собирают около 5 см<sup>3</sup> элюата, после чего закрывают зажим (8) и оставляют сорбент в контакте с кислотой в течение 8–12 мин. По истечении указанного времени приоткрывают зажим и продолжают пропускать азотную кислоту до полного вытекания кислоты, собирая элюат в ту же пробирку.
7. Отмечают окончательный объем элюата в мерной пробирке. Приемлемый диапазон значений объема элюата — 8–12 см<sup>3</sup>.

## **9. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ**

Измерение концентраций ионов тяжелых металлов в элюате проводят атомно-абсорбционным методом последовательно для каждого элемента.

Перед проведением измерений параметры работы спектрометра настраивают в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Для каждого определяемого металла проводят контроль стабильности градуировочного графика согласно п. 11.1 настоящей методики.

Для измерения концентрации определяемого элемента в полученном элюате его распыляют в пламя горелки. Аналитический сигнал регистрируется компьютером и обрабатывается с помощью программного обеспечения спектрометра. Измерение атомного поглощения элемента в элюате проводят не менее двух раз. Компенсацию неселективного поглощения осуществляют с использованием непрерывного спектра дейтериевой лампы. Измеряемая концентрация элемента в элюате должна находиться в пределах градуировочного графика. Элюаты с концентрациями элементов, выходящими за верхние границы градуировочных графиков, разбавляют дистиллированной водой в 2–10 раз. Результат измерения выдается компьютером в виде среднего арифметического значения массовой концентрации измеряемого элемента в анализируемом растворе. Для получения результата измерений проводят анализ двух элюатов, полученных при обработке двух параллельных проб воды.

После каждого измерения распыляют раствор азотной кислоты концентрации 0,03 Н для промывания горелки.

## 10. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержание элементов в исследуемом образце воды ( $C_x$ , мг/дм<sup>3</sup>) рассчитывают по формуле:

$$C_x = \frac{C \times V_{эл} \times k}{V},$$

где  $C$  — концентрация ионов тяжелых металлов в элюате, мкг/см<sup>3</sup>;

$V_{эл}$  — объем элюата, см<sup>3</sup>;

$V$  — объем пробы воды, взятый для концентрирования, см<sup>3</sup>;

$k$  — коэффициент разбавления элюата.

За окончательный результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать норматива сходимости (табл. 4).

Гарантированный результат анализа представляют в следующем виде:

$$C = C_{cp} \pm \Delta MBI,$$

где  $\Delta MBI$  — суммарная погрешность результатов измерения (табл. 4).

Для перевода  $\Delta MBI$  в абсолютные единицы применяют формулу:

$$\Delta = \frac{\Delta(\%) \times C_{cp}}{100}.$$

Таблица 4

**Нормативы оперативного контроля методики выполнения измерений концентраций ионов тяжелых металлов в питьевой воде методом атомно-абсорбционной спектроскопии с предварительным сорбционным концентрированием волокнистым хелатообразующим сорбентом ФИБАН X-1**

Определяемый ингредиент	Суммарная погрешность градуировки прибора	СКО результатов параллельных определений	Показатель сходимости параллельных определений	Норматив сходимости	СКО результата КХА	Показатель воспроизводимости	Норматив воспроизводимости	Граничные суммы неисключенной систематической погрешности	Относительная суммарная погрешность результата КХА
	$\Delta_{гр}, \%$	$S_{сх}, \%$	$\delta_{сх}, \%$					$d_{сх}, \%$	
Цинк	6	2	2	5	3	3	9	7	9
Медь	5	2	2	4	3	3	8	7	9
Свинец	7	2	2	6	3	3	9	8	10
Кадмий	6	2	2	7	2	2	7	7	9
Никель	5	2	2	6	2	2	6	6	7
Марганец(II)	7	2	2	5	3	3	8	8	9

*Примечание:* показатели сходимости и воспроизводимости носят справочный характер, так как отражают данные конкретного эксперимента.

## **11. КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ МЕТОДИКИ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ**

Внутренний оперативный контроль (ВОК) показателей качества результатов измерений концентраций ионов тяжелых металлов в питьевой воде методом атомно-абсорбционной спектроскопии с предварительным сорбционным концентрированием волокнистым хелатообразующим сорбентом ФИБАН X-1 осуществляют с целью получения оперативной информации о качестве этих анализов и принятия при необходимости оперативных мер по его повышению.

ВОК осуществляют по критериям стабильности градуировочных графиков, показателям сходимости параллельных определений, воспроизводимости и точности результатов определения.

### **11.1. Контроль стабильности градуировочного графика**

Стабильность градуировочного графика контролируют ежедневно перед проведением измерений и в процессе проведения измерений не более чем через каждые 15 анализируемых проб воды. Для контроля стабильности градуировочного графика измеряют концентрацию элемента в градуировочном растворе, лежащем в середине рабочего диапазона измерений этого элемента.

Градуировочный график считают стабильным, если выполняется следующее условие:

$$\frac{|C_{изм} - C_{зад}|}{C_{зад}} \leq \Delta_{гр}$$

где  $C_{зад}$  — заданное значение концентрации элемента в измеряемом градуировочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_{изм}$  — измеренное значение массовой концентрации в этом же градуировочном растворе, мг/дм<sup>3</sup>;

$\Delta_{гр}$  — суммарная погрешность градуировки прибора (табл. 4), %.

В случае невыполнения условия проводят повторную градуировку прибора.

### **11.2. ВОК сходимости результатов**

ВОК сходимости результатов параллельных определений проводят путем сравнения расхождения между двумя полученными результатами, выраженного в процентах по отношению к среднему значению, с нормативами сходимости  $d$ , приведенными в табл. 4.



$$d_k = \frac{(C_{\max} - C_{\min}) \times 100}{C_{\text{cp}}} \leq d,$$

где  $d_k$  — найденное расхождение между двумя результатами, %;

$d$  — норматив сходимости, %;

$C_{\max}$  — максимальный результат измерения, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_{\min}$  — минимальный результат измерения, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_{\text{cp}}$  — среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений.

Если  $d_k \leq d$ , то сходимость результатов параллельных определений признают удовлетворительной, и по ним может быть вычислен результат содержания ионов тяжелых металлов в анализируемой пробе.

При превышении норматива ВОК сходимости результатов параллельных определений эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их. Допустимые расхождения между параллельными определениями должны соблюдаться для каждого измерения.

### 11.3. ВОК воспроизводимости результатов

ВОК воспроизводимости результатов измерений концентраций ионов тяжелых металлов в питьевой воде методом атомно-абсорбционной спектроскопии с предварительным сорбционным концентрированием волокнистым хелатообразующим сорбентом ФИБАН X-1 проводят путем сравнения расхождения между двумя результатами, полученными разными операторами или одним оператором в разное время с применением разных наборов мерной посуды для одной и той же рабочей пробы, выраженного в процентах по отношению к среднему результату с нормативами воспроизводимости, приведенными в табл. 4.

$$D_k = \frac{(C_1 - C_2) \times 100}{C_{\text{cp}}} \leq D,$$

где  $D$  — норматив воспроизводимости результатов измерения, %;

$D_k$  — найденное расхождение между двумя результатами измерения, %;

$C_1, C_2$  — результаты измерения концентрации ионов цинка, меди, свинца, кадмия, никеля и марганца в образце, полученные разными исполнителями или одним исполнителем в разное время, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_{\text{ср}}$  — среднее значение результатов двух измерений концентраций ионов тяжелых металлов в образце, полученное разными исполнителями или одним исполнителем в разное время, мг/дм<sup>3</sup>.

$C_1$  и  $C_2$  — результаты, полученные с контролем допустимых расхождений между параллельными определениями.

Если  $D_k \leq D$ , то воспроизводимость результатов измерений концентраций ионов тяжелых металлов в питьевой воде методом атомно-абсорбционной спектроскопии с предварительным сорбционным концентрированием волокнистым хелатообразующим сорбентом ФИБАН X-1 признают удовлетворительной.

При превышении ВОК воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

#### **11.4. ВОК точности (погрешности)**

ВОК точности выполняют методом добавок.

Для контрольных испытаний объем пробы должен соответствовать удвоенному объему, предусмотренному настоящей МВИ.

Отобранный объем реальной пробы воды делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с настоящей МВИ и получают результат анализа пробы X. Во вторую часть вносят добавку исследуемого элемента С, используя градуировочные растворы или государственные стандартные образцы растворов ионов металлов, и анализируют в соответствии с настоящей МВИ, получая результат анализа пробы с добавкой Y. Величина добавки должна составлять 30–100% от обнаруженного содержания X. При необнаружении анализируемого компонента в исходной пробе воды добавка должна в 2–5 раз превышать концентрацию, соответствующую нижней границе диапазона измерения.

Результат считают удовлетворительным, если выполняется следующее условие:

$$(Y - X - C) \leq \frac{\Delta\%}{100} \times X,$$

где  $X$  — результат анализа пробы, мг/дм<sup>3</sup>;

$Y$  — результат анализа пробы с добавкой, мг/дм<sup>3</sup>;

$C$  — добавка определяемого компонента, мг/дм<sup>3</sup>;

$\Delta\%$  — относительная суммарная погрешность результата КХА (табл. 4).

Если приведенное условие не выполняется, эксперимент повторяют. При повторном получении отрицательного результата выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.