
**МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ**
**Федеральная служба по гидрометеорологии
и мониторингу окружающей среды
(Росгидромет)**

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ **РД**
52.18.289–
2022

**МАССОВАЯ ДОЛЯ ПОДВИЖНЫХ ФОРМ МЕТАЛЛОВ
В ПРОБАХ ПОЧВ И ГРУНТОВ**

**Методика измерений методом атомно-абсорбционной
спектрометрии**

Обнинск
2023

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Научно-производственное объединение «Тайфун» (ФГБУ «НПО «Тайфун»)

2 РАЗРАБОТЧИКИ П.Е. Тулупов, д-р хим. наук; В.Г. Булгаков (руководитель разработки), канд. физ.-мат. наук; Н.Н. Лукьянова, канд. хим. наук (ответственный исполнитель); Т.Н. Моршина, канд. биол. наук; Т.Б. Мамченко, канд. физ.-мат. наук; Е.П. Вирченко; Л.П. Копылова

3 СОГЛАСОВАН с Управлением мониторинга загрязнения окружающей среды, полярных и морских работ (УМЗА) Росгидромета 01.08.2022

4 УТВЕРЖДЁН И ВВЕДЁН В ДЕЙСТВИЕ приказом Росгидромета от 03.08.2022 № 351

5 АТТЕСТОВАНА ФГБУ «ВНИИМС».

Свидетельство об аттестации методики измерений № 103-211/RA.RU.311787/2021 от 15 декабря 2021 г., регистрационный код по Федеральному реестру – ФР.1.31.2021.41667

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН головной организацией по стандартизации Росгидромета ФГБУ «НПО «Тайфун» 28.07.2022

ОБОЗНАЧЕНИЕ РУКОВОДЯЩЕГО ДОКУМЕНТА РД 52.18.289–2022

7 ВЗАМЕН РД 52.18.289–90 «Методические указания. Методика выполнения измерений массовой доли подвижных форм металлов (медь, свинец, цинк, никель, кадмий, кобальт, хром, марганец) в пробах почв атомно-абсорбционным анализом»

8 СРОК ПЕРВОЙ ПРОВЕРКИ 2033 год

ПЕРИОДИЧНОСТЬ ПРОВЕРКИ 7 лет

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	2
3 Термины и определения	5
4 Требования к показателям точности измерений	6
5 Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, реактивам, материалам	8
5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование	8
5.2 Реактивы и материалы	11
6 Метод измерений	12
7 Требования безопасности, охраны окружающей среды	12
8 Требования к квалификации операторов.....	13
9 Требования к условиям измерений	13
10 Подготовка к выполнению измерений	13
10.1 Отбор и хранение проб	13
10.2 Подготовка посуды	14
10.3 Подготовка фильтров	14
10.4 Приготовление растворов и реактивов	14
10.5 Подготовка ацетатно-аммонийной вытяжки	19
10.6 Подготовка спектрометров к работе	20
10.7 Установление градуировочной характеристики	22
11 Порядок выполнения измерений	22
12 Обработка результатов измерений	23
13 Оформление результатов измерений	24
14 Внутренний контроль качества результатов измерений	25
14.1 Общие положения	25
14.2 Алгоритм оперативного контроля погрешности с применением образцов для контроля	25
14.3 Алгоритм оперативного контроля погрешности с применением метода добавок	26
14.4 Алгоритм оперативного контроля повторяемости результатов измерений	27
15 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости	28
Библиография	30

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ ДОЛЯ ПОДВИЖНЫХ ФОРМ МЕТАЛЛОВ

В ПРОБАХ ПОЧВ И ГРУНТОВ

Методика измерений методом атомно-абсорбционной спектрометрии

Дата введения – 2023–09–01

1 Область применения

Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений (далее – методика) массовой доли подвижных форм железа, кадмия, кобальта, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, свинца, хрома, цинка (далее – металлы) в пробах почв и грунтов (далее – пробы) методом атомно-абсорбционной спектрометрии в режимах пламенной или электротермической атомизации.

Настоящий руководящий документ предназначен для использования в лабораториях, выполняющих измерения в области мониторинга загрязнения окружающей среды.

Диапазоны измерения массовой доли подвижных форм металлов представлены в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 – Диапазоны измерения массовой доли подвижных форм металлов

Наименование металла	Диапазон измерения массовой доли подвижных форм металлов, млн ⁻¹ (мг/кг)			
	Режим электротермической атомизации		Режим пламенной атомизации	
	Не требующий разбавления	Требующий разбавления	Не требующий разбавления	Требующий разбавления
Железо	-	-	От 10,0 до 40,0 включ.	Св. 40,0 до 10000,0 включ.
Кадмий	От 0,005 до 0,040 включ.	Св. 0,04 до 1,00 включ.	-	-
Кобальт	От 0,05 до 0,20 включ.	Св. 0,2 до 2,0 включ.	От 2,0 до 20,0 включ.	Св. 20,0 до 50,0 включ.
Марганец	-	-	От 2,0 до 20,0 включ.	Св. 20,0 до 200,0 включ.
Медь	От 0,05 до 0,20 включ.	Св. 0,2 до 2,0 включ.	От 2,0 до 20,0 включ.	Св. 20,0 до 50,0 включ.
Молибден	От 0,05 до 0,20 включ.	Св. 0,2 до 2,0 включ.	-	-
Мышьяк	От 0,01 до 0,50 включ.	Св. 0,5 до 5,0 включ.	-	-
Никель	От 0,05 до 0,20 включ.	Св. 0,2 до 2,0 включ.	От 2,0 до 20,0 включ.	Св. 20,0 до 50,0 включ.
Свинец	От 0,1 до 1,0 включ.	Св. 1,0 до 10,0 включ.	От 10,0 до 100,0 включ.	-
Хром	От 0,05 до 0,20 включ.	Св. 0,2 до 5,0 включ.	От 5,0 до 40,0 включ.	Св. 40,0 до 100,0 включ.
Цинк	-	-	От 1,0 до 10,0 включ.	Св. 10,0 до 100,0 включ.

2 Нормативные ссылки

В настоящем руководящем документе использованы нормативные ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.1.004–91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.007–76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ 12.1.019–2017 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты

ГОСТ 12.4.009–83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 12.4.021–75 Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования

ГОСТ 17.4.3.01–2017 Охрана природы. Почвы. Общие требования к отбору проб

ГОСТ 17.4.4.02–2017 Охрана природы. Почвы. Методы отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа

ГОСТ 61–75 Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия

ГОСТ 1770–74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 4403–91 Ткани для сит из шёлковых и синтетических нитей. Общие технические условия

ГОСТ 5100–85 Сода кальцинированная техническая. Технические условия

ГОСТ 5457–75 Ацетилен растворённый и газообразный технический. Технические условия

ГОСТ 9147–80 Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия

ГОСТ 10157–2016 Аргон газообразный и жидкий. Технические условия

ГОСТ 11125–84 Кислота азотная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 12071–2014 Грунты. Отбор, упаковка, транспортирование и хранение образцов

ГОСТ 14261–77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 24147–80 Аммиак водный особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 25336–82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры

ГОСТ 28115–89 Аппараты и установки сушильные. Классификация

ГОСТ 29227–91 (ИСО 835-1-81) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

ГОСТ 29269–91 Почвы. Общие требования к проведению анализов.

ГОСТ 34037–2016 Упаковка стеклянная для химических реактивов и особо чистых химических веществ. Общие технические условия

ГОСТ Р 52501–2005 Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 53228–2008 Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ Р 58144–2018 Вода дистиллированная. Технические условия

РМГ 76–2014 Государственная система обеспечения единства измерений. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим руководящим документом целесообразно проверять действие ссылочных нормативных документов:

- стандартов – в информационной системе общего пользования – на официальном сайте федерального органа исполнительной власти или по ежегодно издаваемому информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного издания информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год;

- межгосударственных рекомендаций – по информационному указателю «Руководящие документы, рекомендации и правила», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года.

Если ссылочный документ заменён (изменён), то при пользовании настоящим руководящим документом следует руководствоваться заменённым (изменённым) нормативным документом. Если ссылочный нормативный документ отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем руководящем документе применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 грунты: Горные породы, преимущественно рыхлые, подстилающие почву слоями, расположенными в современной коре выветривания.

3.2

единичное определение: Однократное проведение всей последовательности операций, предусмотренной методикой анализа вещества или материала объекта аналитического контроля.

[ГОСТ Р 52361–2018, статья 24]

3.3

параллельные определения: Серия единичных определений, выполненных в условиях повторяемости.

[ГОСТ Р 52361–2018, статья 25]

3.4 почва: Поверхностный слой суши, возникший в результате изменения горных пород под воздействием живых и мёртвых организмов (растительных, животных и микроорганизмов), солнечного тепла и атмосферных осадков.

3.5 проба: Часть почвы или грунта, отобранная для анализа и отражающая её химический состав.

3.6 основной градуировочный раствор: Раствор с известной массовой концентрацией металла, который используется для приготовления рабочих градуировочных растворов.

3.7 рабочий градуировочный раствор: Раствор с известной массовой концентрацией металла, который используется для установления градуировочной характеристики.

3.8 результат измерений: Значение характеристики, полученное выполнением регламентированного метода измерений.

3.9 холостая проба: Проба, проходящая все стадии анализа, что и реальная проба, но не содержащая определяемый компонент.

4 Требования к показателям точности измерений

При соблюдении всех регламентируемых методикой условий проведения измерений характеристики погрешности результата измерения с принятой вероятностью 0,95 не должны превышать значений, приведённых в таблице 2.

Т а б л и ц а 2 – Диапазон измерения массовой доли подвижных форм металлов, значения показателей правильности, повторяемости, воспроизводимости и точности

Наименование металла	Режим атомизации	Диапазон измерения массовой доли подвижных форм металлов, млн^{-1} (мг/кг)	Показатель правильности (границы относительной неисключённой систематической погрешности) $\pm \delta_c$, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости) σ_R , %	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta$, %
Железо	ПА*	От 10,0 до 10000,0 включ.	16	7	18	36
Кадмий	ЭТА**	От 0,005 до 1,000 включ.	16	14	21	41
Кобальт	ЭТА**	От 0,05 до 2,00 включ.	15	11	20	40
	ПА*	От 2,0 до 50,0 включ.	16	9	14	30
Марганец	ПА*	От 2,0 до 200,0 включ.	16	10	18	39
Медь	ЭТА**	От 0,05 до 2,00 включ.	12	11	17	35
	ПА*	От 2,0 до 50,0 включ.	19	9	15	31
Молибден	ЭТА**	От 0,05 до 2,00 включ.	14	12	17	34
Мышьяк	ЭТА**	От 0,01 до 5,00 включ.	16	11	21	41
Никель	ЭТА**	От 0,05 до 2,00 включ.	15	10	18	39
	ПА*	От 2,0 до 50,0 включ.	18	8	15	30
Свинец	ЭТА**	От 0,1 до 10,0 включ.	14	8	17	34
	ПА*	От 10,0 до 100,0 включ.	20	14	18	40
Хром	ЭТА**	От 0,05 до 5,00 включ.	13	10	15	31
	ПА*	От 5,0 до 100,0 включ.	18	7	18	37
Цинк	ПА*	От 1,0 до 100,0 включ.	15	9	18	35
*Пламенная атомизация. **Электротермическая атомизация.						

5 Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, реактивам, материалам

5.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

5.1.1 Атомно-абсорбционный спектрометр с пламенным атомизатором, снабжённый корректором неселективного поглощения фона, спектральными лампами с полым катодом для определения железа, кобальта, марганца, меди, никеля, свинца, хрома, цинка (далее – пламенный спектрометр), типа Varian Spectr AA 140 или любой другой с аналогичными характеристиками.

5.1.2 Атомно-абсорбционный спектрометр любого типа с электротермическим атомизатором, снабжённый корректором неселективного поглощения фона, графитовыми кюветами из высокоплотного графита с пиропокрытием и с пиропокрытием и платформой, спектральными лампами с полым катодом для определения кадмия, кобальта, меди, молибдена, мышьяка, никеля, свинца, хрома (далее – спектрометр с электротермической атомизацией), типа Shimadzu AA 7000 или любой другой с аналогичными характеристиками.

5.1.3 Весы неавтоматического действия среднего (III) класса точности, с максимальной нагрузкой 200 г по ГОСТ Р 53228.

5.1.4 pH-метр любого типа, с пределами допускаемой абсолютной погрешности $\pm 0,1$ pH.

5.1.5 Сушильный электрический шкаф с температурой нагревания от 30 до 200 °C по ГОСТ 28115.

5.1.6 Аквадистиллятор ДЭ-4М по [1].

5.1.7 Бидистиллятор БС по [2].

5.1.8 Плита нагревательная с закрытой спиралью мощностью 1000 Вт.

5.1.9 Дозаторы одноканальные механические переменного объёма по [3] вместимостью от 0,2 до 1,0 см³ с погрешностью дозирования не более 2 % – 1 шт. и вместимостью от 1,0 до 5,0 см³ с погрешностью дозирования не более 2 % – 1 шт.

5.1.10 Полипропиленовые наконечники к дозаторам вместимостью от 0,2 до 1,0 см³ – 100 шт. и вместимостью от 1,0 до 5,0 см³ – 100 шт.

5.1.11 Пипетки градуированные 2-го класса точности, исполнения 1, 2 по ГОСТ 29227 вместимостью 1 см³ – 5 шт., 10 см³ – 5 шт.

5.1.12 Колбы лабораторные конические типа Кн исполнения 2, ТХС по ГОСТ 25336 номинальной вместимостью 100 см³ – 30 шт.

5.1.13 Колбы мерные исполнения 2, 2-го класса точности по ГОСТ 1770 вместимостью 25 см³ – 5 шт., 50 см³ – 5 шт., 100 см³ – 5 шт., 500 см³ – 2 шт., 1000 см³ – 2 шт.

5.1.14 Стаканы типа Н исполнения 1, ТХС по ГОСТ 25336 номинальной вместимостью 50 см³ – 30 шт.

5.1.15 Пробирки мерные исполнения 2, по ГОСТ 1770 вместимостью 10 см³ – 30 шт.

5.1.16 Банки стеклянные с горловиной под крышку с винтовой резьбой или под притёртую пробку для хранения реактивов и проб по ГОСТ 34037 вместимостью 250 см³ – 30 шт., 500 см³ – 10 шт.

5.1.17 Банки цилиндрические полиэтиленовые с навинчивающимися крышками для хранения проб и реактивов по [4] вместимостью 25 см³ – 30 шт., 50 см³ – 30 шт., 100 см³ – 10 шт., 500 см³ – 5 шт., 1000 см³ – 5 шт.

5.1.18 Ступка № 4 по ГОСТ 9147.

5.1.19 Сито лабораторное С 20/38, сетка из полиамида по ГОСТ 4403 с размерами ячейки 1,0 мм.

5.1.20 Воронки типа В, ХС по ГОСТ 25336 диаметром 56 мм – 50 шт.

5.1.21 Цилиндры мерные исполнения 1, по ГОСТ 1770 вместимостью 250 см³ – 2 шт., 100 см³ – 2 шт.

5.1.22 Государственный стандартный образец (далее – ГСО) состава раствора ионов железа (III) ГСО 7835–2000 с относительной погрешностью аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.

5.1.23 ГСО состава раствора ионов кадмия ГСО 7773–2000 с относительной погрешностью аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.

5.1.24 ГСО состава раствора ионов кобальта ГСО 7880–2001 с относительной погрешностью аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.

5.1.25 ГСО состава раствора ионов марганца (II) ГСО 7875–2000 с относительной погрешностью аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.

5.1.26 ГСО состава водного раствора ионов меди ГСО 7836–2000 с относительной погрешностью аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.

5.1.27 ГСО состава раствора ионов молибдена (VI) ГСО 7768–2000 с относительной погрешностью аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.

5.1.28 ГСО состава раствора ионов мышьяка (III) ГСО 7976–2001 с относительной погрешностью аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.

5.1.29 ГСО состава водного раствора ионов никеля ГСО 7873–2000 с относительной погрешностью аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.

5.1.30 ГСО состава раствора ионов свинца ГСО 7877–2000 с относительной погрешностью аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.

5.1.31 ГСО состава водного раствора ионов хрома (VI) ГСО 7781–2000 с относительной погрешностью аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.

5.1.32 ГСО состава раствора ионов цинка ГСО 7770–2000 с относительной погрешностью аттестованного значения $\pm 1\%$ при $P=0,95$.

Примечание – Допускается использование других типов средств измерений и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведённых в 5.1, и обеспечивающих погрешность измерения, указанную в разделе 4.

5.2 Реактивы и материалы

5.2.1 Кислота азотная по ГОСТ 11125, ос. ч.

5.2.2 Кислота соляная по ГОСТ 14261, ос. ч.

5.2.3 Кислота уксусная (ледяная) по ГОСТ 61, х. ч.

5.2.4 Аммиак водный по ГОСТ 24147, ос. ч.

5.2.5 Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144.

5.2.6 Вода для лабораторного анализа 2-й степени чистоты по ГОСТ Р 52501 (далее – вода для атомно-абсорбционного анализа).

5.2.7 Палладиевый матричный модификатор фирмы Merck (раствор нитрата палладия в 15 %-ной азотной кислоте с концентрацией палладия 10 г/см³).

5.2.8 Водорода перекись по [5], ос. ч.

5.2.9 Сода кальцинированная техническая по ГОСТ 5100.

5.2.10 Ацетилен растворённый и газообразный технический по ГОСТ 5457.

5.2.11 Аргон газообразный и жидкий по ГОСТ 10157.

5.2.12 Фильтры обеззоленные «белая лента» диаметром 11,0 см и «синяя лента» диаметром 9,0 см по [6].

5.2.13 Парафиновая лабораторная лента Парафильм (Parafilm M), рулон 10 см x 9,5 м.

5.2.14 Бумага индикаторная универсальная для определения рН 1-10 и 7-14 по [7].

П р и м е ч а н и е – Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией, не ниже указанной в 5.2.

6 Метод измерений

Выполнение измерений массовой концентрации подвижных форм металлов в пробах основано на измерении резонансного поглощения излучения свободными атомами определяемого элемента при прохождении света через атомный пар, образовавшийся в результате электротермической или пламенной атомизации раствора анализируемой пробы.

7 Требования безопасности, охраны окружающей среды

7.1 При выполнении измерений массовой доли подвижных форм металлов в пробах соблюдают требования безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.1.019.

7.2 Помещение, в котором проводят измерения, должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией согласно ГОСТ 12.4.021, соответствовать требованиям пожарной безопасности согласно ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения согласно ГОСТ 12.4.009.

7.3 При работе с кислотами руки должны быть защищены перчатками, глаза – защитными очками.

7.4 Отработанные растворы кислот сливают в канализацию после нейтрализации кальцинированной содой. Для этого отработанные растворы кислот разбавляют в 2–3 раза водопроводной водой и добавляют небольшими порциями соду до нейтральной реакции среды по универсальной индикаторной бумаге.

8 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим или средним профессиональным образованием, прошедших соответствующую подготовку, имеющих навыки работы в химической лаборатории и освоивших методику.

9 Требования к условиям измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °С 22 ± 10 ;
- атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.) от 84,0 до 106,7
(от 630 до 800);
- влажность воздуха при температуре 25 °С, %, не более 80.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Отбор и хранение проб

10.1.1 Отбор проб проводят в соответствии с ГОСТ 17.4.3.01, ГОСТ 17.4.4.02, ГОСТ 12071.

10.1.2 Перед анализом проводят предварительную обработку проб в соответствии с ГОСТ 29269. Усреднённую пробу массой 100 г высушивают в химически чистом помещении при комнатной температуре, выбирают включения (корни растений, насекомых, камни, стекло, уголь), растирают в ступке и просеивают через сито с размером ячейки 1 мм. Пробы хранят в крафт-бумаге, стеклянных или полиэтиленовых банках при комнатной температуре в течение трёх лет.

10.2 Подготовка посуды

10.2.1 Для отбора и хранения проб, растворов и реактивов должна использоваться посуда из пластика или стекла.

10.2.2 Посуду для отбора и хранения проб, растворов и реактивов следует готовить следующим образом:

- тщательно вымыть водопроводной водой с моющими средствами;
- замочить не менее чем на 1 час в горячей, 2 моль/дм³ соляной кислоте;
- промыть водопроводной водой;
- ополоснуть дистиллированной водой;
- промыть 2 моль/дм³ азотной кислотой;
- 3–4 раза ополоснуть дистиллированной водой;
- промыть водой для атомно-абсорбционного анализа.

10.3 Подготовка фильтров

Бумажные фильтры перед работой следует готовить следующим образом: складчатые фильтры «белая лента» с подложкой из фильтра «синяя лента» на воронках промывают 5%-ной азотной кислотой и водой для атомно-абсорбционного анализа до нейтральной реакции среды.

10.4 Приготовление растворов и реактивов

10.4.1 Раствор соляной кислоты, 2 моль/дм³

В стакан вместимостью 1000 см³ помещают 500 см³ дистиллированной воды, цилиндром вместимостью 250 см³ добавляют 165 см³ концентрированной соляной кислоты. Объём полученного раствора доводят до 1000 см³ дистиллированной водой. Раствор хранят в стеклянной или полиэтиленовой банке с плотно закрывающейся пробкой. Срок годности раствора не ограничен.

10.4.2 Раствор азотной кислоты, 2 моль/дм³

В стакан вместимостью 1000 см³ помещают 500 см³ дистиллированной воды, цилиндром вместимостью 250 см³ добавляют 135 см³ концентрированной азотной кислоты. Объём полученного раствора доводят до 1000 см³ дистиллированной водой. Раствор хранят в стеклянной или полиэтиленовой банке с плотно закрывающейся пробкой. Срок годности раствора не ограничен.

10.4.3 Ацетатно-аммонийный буферный раствор с pH 4,8

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 500 см³ воды для атомно-абсорбционного анализа, цилиндром вместимостью 250 см³ добавляют 108 см³ ледяной уксусной кислоты и 75 см³ аммиака водного. Полученный раствор охлаждают до комнатной температуры, доводят до метки водой для атомно-абсорбционного анализа и измеряют pH. При необходимости доводят pH раствора до 4,8±0,1 несколькими каплями ледяной уксусной кислоты либо аммиаком водным. Раствор хранят в стеклянной или полиэтиленовой банке. Срок хранения буферного раствора 3 месяца при комнатной температуре.

10.4.4 Раствор азотной кислоты, 0,1 моль/дм³

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 500 см³ воды для атомно-абсорбционного анализа, пипеткой вместимостью 10 см³ отмеряют 6,7 см³ концентрированной азотной кислоты и добавляют в мерную колбу. Объём полученного раствора доводят до 1000 см³ водой для атомно-абсорбционного анализа. Раствор хранят в стеклянной или полиэтиленовой банке с плотно закрывающейся пробкой. Срок годности раствора не ограничен.

10.4.5 Раствор азотной кислоты, 5%-ный

В мерную колбу вместимостью 1000 см³ помещают 500 см³ воды для атомно-абсорбционного анализа, цилиндром вместимостью 100 см³ отмеряют 56 см³ концентрированной азотной кислоты и добавляют в мерную колбу. Объём полученного раствора доводят до 1000 см³ водой

для атомно-абсорбционного анализа. Раствор хранят в стеклянной или полиэтиленовой банке с плотно закрывающейся пробкой. Срок годности раствора не ограничен.

10.4.6 Матричный модификатор с массовой концентрацией палладия $0,5 \text{ г/дм}^3$

В мерную пробирку вместимостью 10 см^3 помещают $0,5 \text{ см}^3$ палладиевого матричного модификатора с массовой концентрацией палладия $10,0 \text{ г/дм}^3$ и доводят до 10 см^3 водой для атомно-абсорбционного анализа. Раствор хранят в пробирке с плотно закрывающейся пробкой до израсходования.

10.4.7 Основные градуировочные растворы

Основные градуировочные растворы готовят из ГСО металлов с массовой концентрацией 1 мг/см^3 последовательным разбавлением исходных растворов согласно таблице 3. Для приготовления основных градуировочных растворов отбирают указанный объём исходного раствора (см. таблицу 3) в мерные колбы указанной вместимости, доводят до метки азотной кислотой с массовой концентрацией $0,1 \text{ моль/дм}^3$ и тщательно перемешивают. Срок хранения основных градуировочных растворов с массовой концентрацией от $100,0$ до $10,0 \text{ мг/дм}^3$ не более 3 месяцев; с массовой концентрацией от $10,0$ до $1,0 \text{ мг/дм}^3$ – не более 1 месяца; с массовой концентрацией от $1,0$ до $0,1 \text{ мг/дм}^3$ – не более 14 суток.

Т а б л и ц а 3 – Приготовление основных градуировочных растворов

Массовая концентрация исходного раствора, мг/дм ³	Объем мерной колбы, см ³	Объем аликвоты исходного градуировочного раствора, см ³	Массовая концентрация основного градуировочного раствора, мг/дм ³
1000	50	5,0	100,0
1000	100	1,0	10,0
100	100	1,0	1,0
10	100	1,0	0,1

10.4.8 Рабочие градуировочные растворы

Массовые концентрации рабочих градуировочных растворов, используемых для установления градуировочной характеристики пламенного спектрометра и спектрометра с электротермической атомизацией, приведены в таблице 4.

Допускается использовать градуировочные растворы с другими массовыми концентрациями металлов, лежащими в линейном диапазоне градуировочной характеристики.

Т а б л и ц а 4 – Массовые концентрации рабочих градуировочных растворов

Наименование металла	Массовая концентрация рабочих градуировочных растворов	
	в режиме электротермической атомизации, мкг/дм ³	в режиме пламенной атомизации, мг/дм ³
Железо	-	0,5; 1,0; 2,0; 4,0
Кадмий	0,5; 2,0; 4,0	-
Кобальт	5,0; 10,0; 20,0	0,2; 1,0; 2,0
Марганец	-	0,1; 1,0; 2,0
Медь	5,0; 10,0; 20,0	0,2; 1,0; 2,0
Молибден	5,0; 20,0; 50,0	-
Мышьяк	5,0; 20,0; 50,0	-
Никель	5,0; 20,0; 50,0	0,2; 1,0; 2,0
Свинец	10,0; 20,0; 100,0	1,0; 5,0; 10,0
Хром	2,0; 5,0; 10,0	0,5; 2,0; 4,0
Цинк	-	0,1; 0,5; 1,0
П р и м е ч а н и е – Знак "-" означает, что измерение не проводится.		

10.4.8.1 Рабочие градуировочные растворы для режима пламенной атомизации

Рабочие градуировочные растворы для режима пламенной атомизации готовят из основных градуировочных растворов последовательным разбавлением согласно таблице 5.

Для приготовления рабочих градуировочных растворов отбирают указанный объём основного градуировочного раствора в мерные колбы указанной вместимости, доводят до метки ацетатно-аммонийным буферным раствором с pH 4,8 и тщательно перемешивают.

Рабочие градуировочные растворы хранят в полиэтиленовых флаконах в холодильнике при температуре от 2 до 10 °С. Срок хранения рабочих градуировочных растворов с массовой концентрацией от 10,0 до 1,0 мг/дм³ – не более 1 месяца; с массовой концентрацией от 1,0 до 0,1 мг/дм³ – не более 14 суток.

Т а б л и ц а 5 – Приготовление рабочих градуировочных растворов для режима пламенной атомизации

Массовая концентрация основного градуировочного раствора, мг/дм ³	Объём мерной колбы, см ³	Объём аликвоты основного градуировочного раствора, см ³	Массовая концентрация рабочего градуировочного раствора, мг/дм ³
1000	100	1,0	10,0
100	100	5,0	5,0
100	100	4,0	4,0
100	100	2,0	2,0
100	100	1,0	1,0
100	100	0,5	0,5
10	100	2,0	0,2
10	100	1,0	0,1

10.4.8.2 Рабочие градуировочные растворы для режима электротермической атомизации

Рабочие градуировочные растворы для режима электротермической атомизации готовят из основных градуировочных растворов последовательным разбавлением согласно таблице 6. Для приготовления рабочих градуировочных растворов отбирают указанный

объём основного градуировочного раствора в мерные колбы указанной вместимости, доводят до метки азотной кислотой с массовой концентрацией 0,1 моль/дм³ и тщательно перемешивают.

Рабочие градуировочные растворы для режима электротермической атомизации хранят в полиэтиленовых флаконах в холодильнике не более 7 суток при температуре от 2 до 10 °С.

Т а б л и ц а 6 – Приготовление рабочих градуировочных растворов для режима электротермической атомизации

Массовая концентрация основного градуировочного раствора, мкг/дм ³	Объём мерной колбы, см ³	Объём аликвоты основного градуировочного раствора, см ³	Массовая концентрация рабочего градуировочного раствора, мкг/дм ³
1000	50	5,0	100,0
1000	50	2,5	50,0
1000	100	2,0	20,0
1000	100	1,0	10,0
100	100	4,0	4,0
100	100	2,0	2,0
100	100	0,5	0,5

10.5 Подготовка ацетатно-аммонийной вытяжки

10.5.1 Навеску воздушно-сухой пробы, подготовленной согласно 10.1.2 массой 5,00 г, взвешенной с точностью до 0,01 г, переносят в коническую колбу вместимостью 100 см³, приливают 50 см³ (0,05 дм³) ацетатно-аммонийного буферного раствора с рН 4,8, закрывают парафиновой лентой. Содержимое колбы перемешивают и выдерживают в течение 24 часов при комнатной температуре, периодически взбалтывая. Через 24 часа пробы перемешивают и фильтруют через промытый складчатый бумажный фильтр «белая лента» с подложкой из фильтра «синяя лента», перенося пробу целиком на фильтр. Если фильтраты не прозрачные, вытяжку фильтруют ещё раз через тот же фильтр. Прозрачные растворы переносят в пластиковые флаконы объёмом 50 см³. Определение металлов проводят из полученного

объёма ацетатно-аммонийной вытяжки (далее – вытяжка) в режиме пламенной атомизации. Срок хранения вытяжки 2 месяца при комнатной температуре.

Для измерения массовой концентрации подвижных форм металлов в режиме электротермической атомизации 10 см³ полученной вытяжки переносят в термостойкий стакан вместимостью 50 см³, добавляют 1 см³ концентрированной азотной кислоты и выпаривают до влажных солей на нагревательной плите. К осадку приливают 2 см³ концентрированной азотной кислоты и выпаривают до сухих солей. К сухому осадку добавляют 10 см³ 5 %-ной азотной кислоты и 2 см³ перекиси водорода, нагревают в течение 15–20 минут, переносят в мерную пробирку вместимостью 10 см³ и доводят до метки водой для атомно-абсорбционного анализа.

10.5.2 Одновременно с исследуемыми пробами проводят подготовку к анализу холостой пробы аналогично анализируемой пробе.

10.6 Подготовка спектрометров к работе

Подготовка пламенного спектрометра и спектрометра с электротермической атомизацией к работе проводится в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометров. Условия измерений массовых концентраций металлов в режиме пламенной атомизации проб приведены в таблице 7; в режиме электротермической атомизации – в таблице 8. Температурно-временные режимы и вносимые аликвоты пробы и модификатора корректируются для каждого типа прибора индивидуально согласно техническому описанию.

Т а б л и ц а 7 – Условия измерений массовых концентраций металлов в режиме пламенной атомизации проб

Наименование металла	Длина волны, нм	Газ пламени
Железо	248,3	Воздух+ C ₂ H ₂
Кобальт	240,7	<<
Марганец	279,5	<<
Медь	324,8	<<
Никель	232,0	<<
Свинец	217,0	<<
Хром	357,9	<<
Цинк	213,9	<<

Т а б л и ц а 8 – Условия измерений массовых концентраций металлов в режиме электротермической атомизации проб

Наименование металла	Длина волны, нм	Тип кюветы	Объем дозирования модификатора, см ³	Объем дозирования раствора пробы, см ³	Температура озоления, °С	Температура атомизации, °С
Кадмий	228,8	С пиропокрытием и платформой	0,01	0,01	800	2000
Кобальт	240,7	С пиропокрытием	–	0,01	700	2400
Медь	324,8	С пиропокрытием	–	0,01	800	2300
Молибден	313,3	С пиропокрытием	-	0,02	1000	2600
Мышьяк	193,7	С пиропокрытием и платформой	0,01	0,01	1100	2700
Никель	232,0	С пиропокрытием	–	0,02	800	2500
Свинец	283,3	С пиропокрытием и платформой	0,01	0,01	900	2000
Хром	357,9	С пиропокрытием	–	0,01	800	2500

10.7 Установление градуировочной характеристики

10.7.1 Для установления градуировочной характеристики используется не менее трёх градуировочных растворов. Градуировочную характеристику устанавливают в соответствии с программным обеспечением спектрометров перед каждой серией измерений.

10.7.2 Градуировочную характеристику признают приемлемой, если она соответствует линейной зависимости с коэффициентом корреляции не менее 0,9.

10.7.3 Контроль стабильности градуировочной характеристики выполняют через каждые 25–30 измерений по градуировочному раствору, в котором массовая концентрация металла находится в середине диапазона измерений. Градуировочную характеристику спектрометра считают стабильной, если выполняется условие

$$\frac{|C_{\text{к}} - C_{\text{ст}}| \cdot 100}{C_{\text{ст}}} \leq K_{\text{гр}}, \quad (1)$$

где $C_{\text{к}}$ — результат контрольного измерения массовой концентрации металла в градуировочном растворе, мкг/дм³ (мг/дм³);

$C_{\text{ст}}$ — приписанное значение массовой концентрации металла в градуировочном растворе, мкг/дм³ (мг/дм³);

$K_{\text{гр}}$ — норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, %, $K_{\text{гр}} = 10$.

В случае невыполнения условия (1) градуировочную характеристику устанавливают заново.

11 Порядок выполнения измерений

11.1 Измерения массовых концентраций подвижных форм металлов в вытяжках проводят в соответствии с руководством по эксплуатации спектрометра. В каждом случае проводят два последовательных измерения и рассчитывают среднее значение массовой

концентрации металла в вытяжке. Среднее арифметическое двух последовательных измерений признаётся приемлемым, если выполняется условие

$$\frac{2|C_1 - C_2| \cdot 100}{C_1 + C_2} \leq K_c, \quad (2)$$

где C_1, C_2 – результаты последовательных измерений массовой концентрации металлов в вытяжке, мкг/дм³ (мг/дм³);

K_c – норматив контроля выходных сигналов, %; для режима пламенной атомизации $K_c = 7$, для режима электротермической атомизации $K_c = 10$.

11.2 Если условие (2) не выполняется, то выясняют причины, устраняют их и повторяют измерения в соответствии с требованиями настоящей методики.

11.3 Если измеренная массовая концентрация металла превышает максимальную массовую концентрацию на установленной градуировочной зависимости, то вытяжку разбавляют ацетатно-аммонийным буферным раствором при измерении в пламенном режиме или раствором 0,1 моль/дм³ азотной кислоты – при измерении в режиме электротермической атомизации.

12 Обработка результатов измерений

Массовую долю подвижных форм металлов в пробах X , млн⁻¹ (мг/кг), рассчитывают на воздушно-сухой вес по формуле

$$X = \frac{(C_{\text{пр}} - C_{\text{хол}}) \cdot V}{m}, \quad (3)$$

где $C_{\text{пр}}$ – средняя массовая концентрация металла в вытяжке, мкг/дм³;

$C_{\text{хол}}$ – средняя массовая концентрация металла в холостой пробе, мкг/дм³;

V – объём добавленного буферного раствора по 10.5.1, дм³;

m – масса пробы, взятая на анализ, г.

В случае разбавления вытяжки, среднюю массовую концентрацию металла рассчитывают по формуле

$$C_{\text{пр}} = C_{\text{р}} \cdot \frac{V_{\text{к}}}{V_1}, \quad (4)$$

где $C_{\text{р}}$ – массовая концентрация металла в разбавленной вытяжке, мкг/дм³ (мг/дм³);

$V_{\text{к}}$ – объём колбы, в которой проводили разбавление, см³;

V_1 – объём вытяжки, взятой для разбавления, см³.

13 Оформление результатов измерений

13.1 За результат измерений принимают результат единичного определения. Массовую долю подвижных форм металлов в пробах X , млн⁻¹ (мг/кг), представляют в виде

$$X \pm \Delta \quad (P = 0,95), \quad (5)$$

где $\pm \Delta$ – абсолютное значение показателя точности методики, млн⁻¹ (мг/кг), рассчитанное по формуле

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100}, \quad (6)$$

где δ – показатель точности, %.

Если массовая доля металла в пробе ниже нижней границы диапазона измерений, производят следующую запись: $X < A$,

где A – нижняя граница диапазона измерений, млн⁻¹ (мг/кг).

13.2 Результаты измерения оформляют протоколом или записью в журнале по формам, приведённым в Руководстве по качеству лаборатории.

14 Внутренний контроль качества результатов измерений

14.1 Общие положения

Внутренний контроль качества результатов измерений в лаборатории выполняется в соответствии с РМГ 76 и предусматривает:

- оперативный контроль погрешности с применением образцов для контроля (ОК) или с применением метода добавок;
- оперативный контроль повторяемости результатов измерений.

14.2 Алгоритм оперативного контроля погрешности с применением образцов для контроля

14.2.1 Образцами для контроля служат стандартные образцы состава почвы. Для контроля погрешности проводят контрольное измерение ОК в соответствии с разделами 10 и 11.

14.2.2 Результат контрольной процедуры K_k , млн⁻¹ (мг/кг), рассчитывают по формуле

$$K_k = X_{ок} - B, \quad (7)$$

где $X_{ок}$ – измеренное значение массовой доли металла в ОК, млн⁻¹ (мг/кг);

B – аттестованное значение массовой доли металла в ОК, млн⁻¹ (мг/кг).

14.2.3 Норматив контроля K , мг/кг, рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_{л}, \quad (8)$$

где $\Delta_{л}$ – характеристика погрешности результатов измерений, $\Delta_{л} = 0,84 \cdot \Delta$.

14.2.4 Проводят сопоставление результата контрольной процедуры с нормативом контроля. Процедуру измерений признают удовлетворительной, если результаты контрольной процедуры удовлетворяют условию

$$K_k \leq K. \quad (9)$$

При невыполнении условия (9) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (9) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14.3 Алгоритм оперативного контроля погрешности с применением метода добавок

14.3.1 При проведении оперативного контроля процедуры анализа с применением метода добавок средствами контроля являются вытяжки из проб. Вытяжку делят на две части: одну часть оставляют без изменений, во вторую делают добавку металлов. Значение добавки должно удовлетворять условию

$$X_d > \Delta_x + \Delta_{x+x_d}, \quad (10)$$

где Δ_x (Δ_{x+x_d}) – значение характеристики погрешности результатов анализа, соответствующее содержанию металла в вытяжке (расчётному значению содержания металла в вытяжке с добавкой), млн^{-1} (мг/кг).

14.3.2 Получают результаты контрольных измерений массовой доли металла в пробе X и в пробе с внесённой известной добавкой X_d . Результат контрольной процедуры K_k , млн^{-1} (мг/кг), рассчитывают по формуле

$$K_k = X_d - X - D, \quad (11)$$

где D – добавка металла, млн^{-1} (мг/кг).

Норматив контроля K , млн^{-1} (мг/кг), рассчитывают по формуле

$$K = \sqrt{\Delta_X^2 + \Delta_{X_d}^2}, \quad (12)$$

где $\Delta_X(\Delta_{X_d})$ – характеристика погрешности результатов измерений, соответствующая массовой доле металла в пробе с добавкой и пробе без добавки, млн^{-1} (мг/кг).

14.3.3 Проводят сопоставление результата контрольной процедуры с нормативом контроля. Если результаты контрольной процедуры удовлетворяют условию

$$K_k \leq K, \quad (13)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении условия (13) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (13) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14.4 Алгоритм оперативного контроля повторяемости результатов измерений

14.4.1 Для контроля повторяемости проводят параллельные определения массовой доли подвижной формы металла в одной из проб в полном соответствии с разделами 10 и 11.

14.4.2 Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, проводят методом сравнения результатов двух параллельных определений. Результат контрольной процедуры должен удовлетворять условию

$$\frac{2|X_1 - X_2| \cdot 100}{X_1 + X_2} \leq r, \quad (14)$$

где X_1, X_2 – результаты параллельных измерений массовой доли металлов в анализируемой пробе, млн^{-1} (мг/кг);

r – предел повторяемости, %.

Значения пределов повторяемости рассчитывают по формуле

$$r = 2,77 \cdot \sigma_r, \quad (15)$$

где σ_r – показатель повторяемости в соответствии с таблицей 2, %.

Значения пределов повторяемости приведены в таблице 9.

14.4.3 Если условие (14) не выполняется, то выясняют причины, устраняют их и повторяют измерения в соответствии с разделами 10 и 11.

15 Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, проводят при необходимости сравнения результатов, полученных в двух лабораториях. Результаты измерений, полученные в двух разных лабораториях, считаются приемлемыми, если расхождение между ними не превышает предела воспроизводимости R . Значения пределов воспроизводимости рассчитывают по формуле

$$R = 2,77 \cdot \sigma_R, \quad (16)$$

где σ_R – показатель воспроизводимости, %, в соответствии с таблицей 2, %.

Значения пределов воспроизводимости приведены в таблице 9.

Т а б л и ц а 9 – Диапазон измерения массовой доли подвижных форм металлов, значения пределов повторяемости и воспроизводимости с принятой вероятностью $P=0,95$

Наименование металла	Режим атомизации	Диапазон измерения массовой доли подвижных форм металлов, млн^{-1} (мг/кг)	Предел воспроизводимости для двух результатов определений R , %	Предел повторяемости для двух результатов параллельных определений r , %
Железо	ПА*	От 10,0 до 10000,0 включ.	50	19
Кадмий	ЭТА**	От 0,005 до 1,000 включ.	58	39
Кобальт	ЭТА**	От 0,05 до 2,00 включ.	55	30
	ПА*	От 2,0 до 50,0 включ.	39	25
Марганец	ПА*	От 2,0 до 200,0 включ.	50	28
Медь	ЭТА**	От 0,05 до 2,00 включ.	47	30
	ПА*	От 2,0 до 50,0 включ.	42	25
Молибден	ЭТА**	От 0,05 до 2,00 включ.	47	12
Мышьяк	ЭТА**	От 0,01 до 5,00 включ.	58	30
Никель	ЭТА**	От 0,05 до 2,00 включ.	50	28
	ПА*	От 2,0 до 50,0 включ.	42	22
Свинец	ЭТА**	От 0,1 до 10,0 включ.	47	22
	ПА*	От 10,0 до 100,0 включ.	50	39
Хром	ЭТА**	От 0,05 до 5,00 включ.	42	28
	ПА*	От 5,0 до 100,0 включ.	50	19
Цинк	ПА*	От 1,0 до 100,0 включ.	50	25
*Пламенная атомизация.				
**Электротермическая атомизация.				

Библиография

- | | |
|--|---|
| [1] Технические условия
ТУ-9452-001-23159878–2013 | Аквадистилляторы
электрические ДЭ-М |
| [2] Технические условия
ТУ 25-11-1592–81 | Бидистилляторы БС |
| [3] Технические условия
ТУ 9443-008-33189998-2009 | Дозаторы пипеточные, одно- и
многоканальные. «Блэк» |
| [4] Технические условия
ТУ 6-19-110–78 | Тара из полимерных материалов
для химических реактивов |
| [5] Технические условия
ТУ 2611-003-25665344–2008 | Перекись водорода особой
чистоты |
| [6] Технические условия
ТУ 6-09-1678–86 | Фильтры обеззоленные (белая,
красная, синяя ленты) |
| [7] Технические условия
ТУ 6-09-1181–89 | Бумага индикаторная
универсальная для определения
рН 1-10 и 7-14. |

Ключевые слова: подвижные формы, металл, проба, почва, грунт, метод атомно-абсорбционной спектрометрии

Лист регистрации изменений

Поряд- ковый номер изме- нения	Номер страницы				Номер регист- рации измене- ния в ГОС, дата	Под- пись	Дата	
	изме- нённой	заме- нённой	новой	аннули- рованной			вне- сения изм.	вве- дения изм.

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
(Росстандарт)

ВНИИМС

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы»
Регистрационный номер в реестре аккредитованных лиц № RA.RU.311787

СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ МЕТОДИКИ (МЕТОДА) ИЗМЕРЕНИЙ

№ 103-211/RA.RU.311787/2021

Методика измерений массовой доли подвижных форм металлов в пробах почв и
наименование измеряемой величины

грунтов методом атомно-абсорбционной спектрометрии,

объект, метод

разработанная Федеральным государственным бюджетным учреждением

«Научно-производственное объединение «Тайфун» (ФГБУ «НПО «Тайфун»)

(249038, Калужская область, г. Обнинск, ул. Победы, д. 4)

и регламентированная в документе: «Массовая доля подвижных форм металлов в
пробах почв и грунтов. Методика измерений методом атомно-абсорбционной

спектрометрии»,

утвержденном в 2021 г. и содержащем 32 стр.,

обозначение и наименование документа

аттестована в соответствии с приказом Минпромторга России от 15.12.2015 г. № 4091 «Об
утверждении Порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений,
референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения»,
ГОСТ Р 8.563-2009 «ГСИ. Методики (методы) измерений».

Аттестация осуществлена по результатам теоретических и экспериментальных

вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке методики измерений,

исследований методики измерений

теоретическое или экспериментальное исследование методики измерений, др. виды работ

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует
предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными
метрологическими характеристиками, приведенными на оборотной стороне настоящего
свидетельства.

Первый заместитель директора по науке

Ф.В. Булыгин

Начальник отдела 103

Б.М. Пашаев

«15» декабря 2021 г.

003777

Результаты метрологической аттестации

Наименование металла	Режим атомизации	Диапазон измерения массовой доли подвижных форм металлов, млн^{-1} (мг/кг)	Показатель правильности (границы относительной неисключенной систематической погрешности) $\pm \delta_c, \%$	Показатель повторяемости (относительное среднее квадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_r, \%$	Показатель воспроизводимости (относительное среднее квадратическое отклонение воспроизводимости) $\sigma_R, \%$	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta, \%$
Железо	ПА*	От 10 до 10000 включ.	16	7	18	36
Кадмий	ЭТА**	От 0,005 до 1,000 включ.	16	14	21	41
Кобальт	ЭТА**	От 0,05 до 2,00 включ.	15	11	20	40
	ПА*	Св. 2,0 до 50,0 включ.	16	9	14	30
Марганец	ПА*	От 2,0 до 200,0 включ.	16	10	18	39
Медь	ЭТА**	От 0,05 до 2,00 включ.	12	11	17	35
	ПА*	Св. 2,0 до 50,0 включ.	19	9	15	31
Молибден	ЭТА**	От 0,05 до 2,00 включ.	14	12	17	34
Мышьяк	ЭТА**	От 0,01 до 5,00 включ.	16	11	21	41
Никель	ЭТА**	От 0,05 до 2,00 включ.	15	10	18	39
	ПА*	Св. 2,0 до 50,0 включ.	18	8	15	30
Свинец	ЭТА**	От 0,1 до 10,0 включ.	14	8	17	34
	ПА*	Св. 10,0 до 100,0 включ.	20	14	18	40
Хром	ЭТА**	От 0,05 до 5,00 включ.	13	10	15	31
	ПА*	Св. 5,0 до 100,0 включ.	18	7	18	37
Цинк	ПА*	От 1,0 до 100,0 включ.	15	9	18	35

*Пламенная атомизация.

**Электротермическая атомизация.

Начальник отдела 103

Научный сотрудник

Б.М. Пашаев

А.С. Кузнецова

Подписано к печати 18.04.2023. Формат 60х84/16.
Печать офсетная. Тираж 80 экз. Печ. л. 2,3. Заказ № 9
Отпечатано с готового оригинал-макета в ФГБУ «ВНИИГМИ-МЦД»,
г. Обнинск, ул. Королёва, 6.