

ТЕХНИЧЕСКИЕ УСЛОВИЯ

ISO/TS 17379-1

Первое издание
2013-07-15

Качество воды. Определение селена.

Часть 1.

Метод атомной флуоресцентной спектрометрии с образованием гидридов (HG-AFS)

Water quality – Determination of selenium –

<https://standards.iteh.ai/2a645> *Part 1: Method using hydride generation atomic fluorescence spectrometry (HG-AFS) -1-2013*

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер
ISO/TS 17379-1:2013(R)

© ISO 2013

Отказ от ответственности при работе в PDF

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO/TS 17379-1:2013

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/169eb79d-610f-4c3b-8c46-2a645acd5575/iso-ts-17379-1-2013>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2013

Все права сохраняются. Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 734 09 47
E-mail copyright @ iso.org

Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие	iv
Введение	v
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Сущность метода	2
4 Помехи	2
5 Реактивы и стандарты	4
6 Аппаратура	6
7 Отбор и подготовка проб	7
7.1 Техника пробоотбора	7
7.2 Предварительное восстановление	8
8 Установка приборов	8
9 Проведение анализа	9
10 Градуировка и анализ данных	10
10.1 Общие требования	10
10.2 Вычисление по градуировочной кривой	10
11 Обработка результатов	10
12 Протокол испытания	10
Приложение А (информативное) Дополнительная информация	11
Приложение В (информативное) Рисунки	12
Приложение С (информативное) Показатели прецизионности	15

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) всемирная федерация национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по подготовке международных стандартов обычно ведется через технические комитеты ISO. Каждый комитет-член ISO, проявляющий интерес к тематике, по которой учрежден технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, государственные и негосударственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Процедуры, используемые для разработки данного документа, и процедуры, предусмотренные для его дальнейшего ведения, описаны в Директивах ISO/IEC Directives, Part 1. В частности, следует отметить различные критерии утверждения, требуемые для различных типов документов ISO. Проект данного документа был разработан в соответствии с редакционными правилами Директив ISO/IEC Directives, Part 2. www.iso.org/directives.

Необходимо обратить внимание на возможность того, что ряд элементов данного документа могут быть предметом патентных прав. Международная организация ISO не должна нести ответственность за идентификацию таких прав, частично или полностью. Сведения о патентных правах, идентифицированных при разработке документа, будут указаны во Введении и/или в перечне полученных ISO объявлениях о патентном праве. www.iso.org/patents.

Любое торговое название, использованное в данном документе, является информацией, предоставляемой для удобства пользователей, а не свидетельством в пользу того или иного товара или той или иной компании.

[ISO/TS 17379-1:2013](#)

Технический комитет, несущий ответственность за данный документ ISO/TC 147, *Качество воды*, Подкомитет SC 2, *Физические, химические и биохимические методы*.

ISO/TS 17379 состоит из следующих частей под общим названием *Качество воды. Определение селена*:

- *Часть 1. Метод атомной флуоресцентной спектроскопии с образованием гидридов (HG-AFS)*
- *Часть 2. Метод атомной абсорбционной спектроскопии с образованием гидридов (HG-AAS)*

Введение

Данная часть ISO/TS 17379 предназначена для применения аналитиками, имеющими опыт работы с микропримесями в очень низких концентрациях.

Неорганический селен обычно встречается в форме двух окислов: Se(VI) и Se(IV). Важно преобразовать все формы селена в Se(IV) перед образованием гидридов. Селен (VI) гидроксида не дает.

В природных источниках воды соединения селена обычно встречаются в очень малых количествах, менее 1 мкг/л. Можно обнаружить более высокие концентрации, например, в промышленных сточных водах. Селен встречается в природе в органических соединениях и может иметь валентность –II, 0, IV, и VI.

Чтобы полностью разложить все соединения селена, необходима процедура вываривания. Вываривание можно опустить только в том случае, если определено, что селен в пробе может образовывать ковалентный гидрид без необходимости предварительного окисления на стадии вываривания.

Пользователю следует знать, что определенные проблемы могут потребовать задания дополнительных граничных условий.

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

[ISO/TS 17379-1:2013](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/169eb79d-610f-4c3b-8c46-2a645acd5575/iso-ts-17379-1-2013)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/169eb79d-610f-4c3b-8c46-2a645acd5575/iso-ts-17379-1-2013>

Качество воды. Определение селена.

Часть 1

Метод атомной флуоресцентной спектроскопии с образованием гидридов (HG-AFS)

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Лицам, использующим настоящий международный стандарт, следует хорошо знать обычную лабораторную практику. Данный стандарт не ставит целью рассмотрение всех проблем безопасности, связанных с его применением, если таковые возникают. Пользователь сам берет на себя ответственность за установление соответствующих правил безопасности и гигиены труда, чтобы обеспечить соблюдение условий национальных регламентов.

ВНИМАНИЕ! — Очень важно, чтобы испытания, проводимые в соответствии с данным международным стандартом, осуществлял соответствующим образом подготовленный персонал.

1 Область применения

Настоящая часть ISO/TS 17379 устанавливает метод определения селена. Этот метод применим к питьевой воде, поверхностным, грунтовым и дождевым водам. Диапазон применения данной части ISO/TS 17379 составляет от 0,02 мкг/л до 100 мкг/л. Пробы, содержащие селен в более высокой концентрации, чем применяемый диапазон, можно анализировать при соответствующем разбавлении. Маловероятно обнаружить этим методом органоселеновые соединения.

Чувствительность данного метода зависит от выбранных рабочих условий.

2 Нормативные ссылки

Нижеследующие документы являются обязательными для применения данного документа. Для датированных ссылок действительно только указанное издание. В случае недатированных ссылок используется последняя редакция документа, на который дается ссылка (включая все изменения).

ISO 3696, *Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний*

ISO 5667-1, *Качество воды. Отбор проб. Часть 1. Руководство по проектированию программ выборочного контроля и технике пробоотбора*

ISO 5667-3, *Качество воды. Отбор проб. Часть 3. Консервирование и обращение с пробами воды*

ISO 5667-5, *Качество воды. Отбор проб. Часть 5. Руководство по отбору проб питьевой воды из водоочистных установок и распределительных трубопроводов*

ISO 5667-6, *Качество воды. Отбор проб. Часть 6. Руководство по отбору проб из рек и потоков*

ISO 5667-8, *Качество воды. Отбор проб. Часть 8. Руководство по отбору проб из мокрых осадений*

ISO 5667-11, *Качество воды. Отбор проб. Часть 11. Руководство по отбору проб грунтовых вод*

ISO 8466-1, *Качество воды. Градуировка и оценка аналитических методов и расчет рабочих характеристик. Часть 1. Статистическая оценка линейной градуировочной функции*

ISO 15587-1, *Качество воды. Гидролитическое разложение для определения некоторых элементов в воде. Часть 1. Гидролитическое разложение в царской водке*

3 Сущность метода

Аликвотное количество пробы обрабатывают концентрированной соляной кислотой (5.2). Se(VI) предварительно восстанавливают до Se(IV) осторожным кипячением с обратным холодильником в растворе HCl концентрацией 6 моль/л в течение 1 ч. Необходимо следить за тем, чтобы не потерять летучие соединения селена. Подходящее оборудование показано на Рисунке В.3. Растворы пробы затем обрабатывают тетрагидроборатом натрия для получения ковалентного газообразного гидрида (SeH₂). Этот гидрид и избыток водорода удаляют из сосуда с гидридом в периодическом режиме, а из сепаратора газ/жидкость – в непрерывном режиме в атомизатор, пригодный для атомно-флуоресцентных измерений (например, в химически образованном водородном диффузном пламени). Гидрид атомизируют, и полученные атомы возбуждают интенсивным селеновым источником света, а результирующую флуоресценцию измеряют с помощью атомной флуоресцентной спектromетрии после выделения на интерференционном фильтре, который передает флуоресценцию селена на длине волны, $\lambda = 196,0$ нм. Эта процедура автоматизирована с помощью автодозатора и управляющей компьютерной программы.

4 Помехи

Техника получения гидридов подвержена помехам со стороны переходных и легко восстанавливаемых металлов. Для большинства проб природной воды такой тип помех не должен быть значительным. Пользователю следует осуществить определение степени извлечения на типичных водах, а также определить максимальные концентрации потенциально мешающих элементов, пользуясь подходящими методами. Если есть признаки таких помех, то следует оценить их уровень, измерив степень извлечения. В то же время, техника атомной флуоресценции имеет большой линейный динамический диапазон и очень низкий предел обнаружения. В большинстве случаев любые помехи можно удалить простым разбавлением.

Условия реакции, установленные в данной части ISO/TS 17379, подобраны таким образом, чтобы сократить до минимума любые помехи.

Важно, чтобы источник света не включал значимого количества других элементов, образующих гидриды (например, мышьяк, сурьма, теллур), которые испускают флуоресцентное излучение в полосе пропускания интерференционного фильтра, использованного в детекторе, если эти элементы присутствуют в пробе.

Измерения, выполняемые с помощью методов, описанных в данной части ISO/TS 17379, обычно не подвергаются действию помех за счет ослабления сигнала в представляющих интерес диапазонах.

Проведено изучение помех на ряде элементов, и результаты его показаны в Таблице 1. Очевидно, что теллур вызывает значительное положительное смещение, а золото, серебро и медь – значительное отрицательное смещение. В то же время, эти элементы вряд ли присутствуют на исследуемых уровнях в подавляющем большинстве проб воды.

На помехи может указывать неправильность формы пика сигнала. Обычно помехи можно устранить разбавлением проб, такое разбавление не должно снижать концентрации аналита до уровня, ниже которого количественное определение невозможно.

Таблица 1 — Изучение помех для селена

Мешающее вещество		Концентрация мешающего вещества мг/л	Извлечение Se	
			2 мкг Se/л	10 мкг Se/л
Нитрат таллия	Tl(III)	20	98,4 ± 3,1	97,2 ± 1,6
Нитрат стронция	Sr(II)	20	101,6 ± 1,2	97,0 ± 1,5
Нитрат цинка	Zn(II)	1	99,9 ± 1,8	102,4 ± 0,8
Двухаммонийный кремний-гексафторид	Si(IV)	1	96,7 ± 2,7	98,8 ± 1,82
Нитрат алюминия	Al(III)	1	95,2 ± 3,0	97,2 ± 0,5
Хлорид кальция	Ca(II)	200	97,4 ± 0,9	97,0 ± 3,3
Хлорид натрия	Na(I)	200	98,0 ± 1,0	95,0 ± 0,6
Бромид калия	K(I)	200	94,9 ± 3,8	99,6 ± 1,1
Нитрат индия	In(III)	1	93,3 ± 1,7	98,9 ± 2,0
Нитрат бария	Ba(II)	1	96,6 ± 1,5	96,6 ± 1,6
Окись магния	Mg(II)	1	98,9 ± 2,4	97,0 ± 0,9
Нитрат кадмия	Cd(II)	1	99,4 ± 0,5	90,1 ± 0,9
Дигидрофосфат аммония	P(V)	1	98,0 ± 1,9	96,9 ± 3,4
Фторид натрия	F(I)	1	97,4 ± 1,1	97,8 ± 2,7
Хлорид золота	Au(III)	0,1	89,3 ± 3,1	83,1 ± 5,4
Хлорид золота	Au(III)	1	46,2 ± 4,1	76,8 ± 6,4
Ортоборная кислота	B(III)	1	99,1 ± 1,9	101,4 ± 2,1
Нитрат железа (II)	Fe(II)	1	96,9 ± 2,7	97,4 ± 4,9
Нитрат свинца (II)	Pb(II)	1	99,2 ± 2,5	97,9 ± 0,9
Нитрат висмута	Bi(III)	1	105,0 ± 4,8	95,6 ± 1,7
Нитрат олова	Sn(IV)	1	93,8 ± 6,1	97,8 ± 1,5
Молибдат аммония	Mo(II)	1	95,7 ± 2,3	97,0 ± 1,3
Хлорид германия	Ge(IV)	1	100,7 ± 3,1	98,0 ± 0,6
Нитрат ртути	Hg(II)	1	99,4 ± 3,7	99,7 ± 3,9
Окись мышьяка (III)	As(III)	1	99,4 ± 2,5	97,7 ± 7,3
Нитрат хрома (III)	Cr(III)	1	95,9 ± 2,0	98,6 ± 1,5
Нитрат кобальта	Co(II)	1	93,2 ± 1,6	97,4 ± 1,7
Нитрат серебра	Ag(I)	1	78,2 ± 6,5	72,0 ± 0,8
Нитрат никеля I(II)	Ni(II)	1	95,0 ± 3,6	97,1 ± 1,9
Теллуровая кислота	Te(IV)	0,01	104,0 ± 1,8	98,8 ± 1,8
Теллуровая кислота	Te(IV)	0,1	110,0 ± 5,0	105,2 ± 1,0
Теллуровая кислота	Te(IV)	1	123,5 ± 0,5	108,6 ± 1,0
Окись сурьмы	Sb(III)	0,01	98,6 ± 0,8	99,1 ± 0,3
Окись сурьмы	Sb(III)	0,05	89,3 ± 3,1	98,5 ± 2,1
Окись сурьмы	Sb(III)	0,1	95,8 ± 2,2	100,4 ± 1,1
Сульфат меди	Cu(II)	0,1	98,5 ± 1,5	96,4 ± 0,0
Сульфат меди	Cu(II)	0,2	93,4 ± 1,9	100,8 ± 2,5
Сульфат меди	Cu(II)	0,5	94,5 ± 0,5	98,3 ± 1,9
Сульфат меди	Cu(II)	1	82,2 ± 2,3	85,1 ± 5,4
Сульфат меди	Cu(II)	2	79,8 ± 2,4	98,8 ± 1,8
Хлорид золота	Au(I)	0,1	89,3 ± 3,1	83,1 ± 5,4

5 Реактивы и стандарты

В ходе анализа, если нет иных указаний, пользуются только реактивами признанной аналитической кислоты.

Реактивы могут содержать селен в качестве примеси. Все реактивы должны иметь концентрацию содержащегося в них селена ниже той, которая дает значение холостого опыта для метода, будучи выше наиболее низкой представляющей интерес концентрации.

5.1 Вода, соответствующая классу 1 по ISO 3696, для приготовления и разбавления проб.

5.2 Соляная кислота, $\rho(\text{HCl}) = 1,16$ г/мл.

5.3 Соляная кислота, $c(\text{HCl}) = 1$ моль/л.

5.4 Тетрагидроборат натрия, NaBH_4 , в таблетках.

5.5 Гидроксид натрия, NaOH .

5.6 Раствор тетрагидробората натрия, $\rho(\text{NaBH}_4) = 13$ г/л.

Готовят подходящий объем для использования в течение дня (13 г/л считается достаточным для системы, показанной в Приложении В), и емкость с раствором не закупоривают ввиду создания избыточного давления за счет выделения водорода.

ПРИМЕЧАНИЕ 1 Концентрация NaBH_4 зависит от коллектора генератора гидридов и скорости потока. См. рекомендации изготовителя.

ПРИМЕЧАНИЕ 2 При правильном хранении таблетки тетрагидробората натрия имеют срок службы 6 месяцев.

ПРИМЕЧАНИЕ 3 См. Раздел 8.

5.7 Азотная кислота, $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40$ г/мл.

ПРИМЕЧАНИЕ Азотная кислота имеется при $\rho(\text{HNO}_3) = 1,40$ г/мл [$w(\text{HNO}_3) = 650$ г/кг] и при $\rho(\text{HNO}_3) = 1,42$ г/мл [$w(\text{HNO}_3) = 690$ г/кг].

Готовят промывочную смесь азотной кислоты разбавлением азотной кислоты [$\rho(\text{HNO}_3) = 1,40$ г/мл] равным объемом воды (5.1), осторожно добавляя кислоту в воду.

5.8 Холостой раствор.

Для каждых 1 000 мл готовят раствор, содержащий (300 ± 3) мл соляной кислоты (5.2). Доводят до объема водой (5.1).

При поточной системе холостой раствор проходит как фон. Поскольку холостой раствор может содержать обнаружимые уровни примесей селена, важно пользоваться одними и теми же реактивами для приготовления пробы и стандарта, а также для приготовления холостого раствора. Сигнал от аналита накладывается на этот сигнал, как только пробу вводят в цикл измерения. Концентрация селена в холостом растворе должна быть меньше нижней границы рассматриваемого диапазона концентраций.

5.9 Стандартные растворы селена.

5.9.1 Исходный раствор А селена, $\rho[\text{Se}(\text{IV})] = 1\ 000$ мг/л.

Используют количественный исходный раствор с выявляемым количеством $\text{Se}(\text{IV})$ в размере $(1\ 000 \pm 2)$ мг/л.

Этот раствор считается устойчивым в течение не менее одного года.

Альтернативно, используют исходный раствор, приготовленный из химических веществ высокой чистоты.

Помещают 1,094 г селенита натрия (Na_2SeO_3), просушенного в течение 2 ч при температуре $(105 \pm 3)^\circ\text{C}$ в мерной колбе вместимостью 500 мл.

Добавляют 200 мл воды (5.1) и 200 мл соляной кислоты (5.3) и полностью растворяют селенит натрия при помешивании.

Доводят до 500 мл водой (5.1) и тщательно перемешивают.

5.9.2 Стандартный раствор селена В, $\rho[\text{Se(IV)}] = 10$ мг/л.

Пипеткой переносят $(1 \pm 0,01)$ мл исходного раствора селена А (5.9.1) в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют $(30 \pm 0,5)$ мл соляной кислоты (5.2) и наполняют до метки холостым раствором (5.8).

Этот раствор готовят ежемесячно.

5.9.3 Стандартный раствор селена С, $\rho[\text{Se(IV)}] = 100$ мкг/л.

Пипеткой переносят $(1 \pm 0,01)$ мл стандартного раствора селена В (5.9.2) в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют $(30 \pm 0,5)$ мл соляной кислоты (5.2) и наполняют до метки холостым раствором (5.8).

Этот раствор готовят еженедельно.

5.9.4 Стандартный раствор селена D, $\rho[\text{Se(IV)}] = 10$ мкг/л.

Пипеткой переносят $(10 \pm 0,1)$ мл стандартного раствора селена С (5.9.3) в мерную колбу из боросиликатного стекла вместимостью 100 мл. Наполняют до метки холостым раствором (5.8).

Этот раствор готовят еженедельно.

5.9.5 Стандартный раствор селена E, $\rho[\text{Se(VI)}] = 1\,000$ мг/л.

Растворяют $(1,000 \pm 0,002)$ г чистого порошка селена в $(10 \pm 0,1)$ мл концентрированной азотной кислоты (5.7).

Нагревают раствор до кипения и выпаривают избыток азотной кислоты.

Эту процедуру выполняют осторожно в вытяжном шкафу.

Охлаждают, затем помещают гидратированный оксид в $(50 \pm 0,5)$ мл холодной соляной кислоты (5.2).

Количественно переносят раствор в мерную колбу вместимостью 1 000 мл и наполняют до метки холостым раствором (5.8).

Альтернативно растворяют $(2,392 \pm 0,002)$ г селената натрия (Na_2SeO_4) после сушки при температуре $(105 \pm 3)^\circ\text{C}$ в течение 2 ч в 500 мл воды (5.1), затем переносят раствор количественно в мерную колбу вместимостью 1 000 мл и наполняют до метки холостым раствором (5.8).

Этот стандарт используют для проверки количественного извлечения Se(VI) .

Этот раствор стабилен не менее шести месяцев.