ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 30011— 2017

ВОЗДУХ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Определение содержания металлов и металлоидов в твердых частицах аэрозоля методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

(ISO 30011:2010, IDT)

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2017

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Открытым акционерным обществом «Научно-исследовательский центр контроля и диагностики технических систем» (АО «НИЦ КД») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 457 «Качество воздуха»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 14 сентября 2017 г. № 1122-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 30011:2010 «Воздух рабочей зоны. Определение содержания металлов и металлоидов в твердых частицах аэрозоля методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой» (ISO 30011:2010 «Workplace air — Determination of metals and metalloids in airborne particulate matter by inductively coupled plasma mass spectrometry», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом ТС 146/SC 2.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (www.gost.ru)

© Стандартинформ, 2017

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . 2
3 Термины и определения . . . 2
4 Основные принципы . . . 7
5 Требования . . . 8
6 Реактивы . . . 8
7 Лабораторное оборудование . . . 11
8 Методика . . . 12
9 Представление результатов измерений . . . 20
10 Эффективность метода . . . 20
11 Протокол испытаний . . . 22
Приложение А (справочное) Принципы работы ИСП-МС и возникающие мешающие влияния . . . 24
Приложение В (справочное) Руководство по техническому обслуживанию спектрометра с индуктивно-связанной плазмой . . . 27
Приложение С (справочное) Приведение результатов измерений массовой концентрации металлов и металлоидов в воздухе к стандартным условиям . . . 29
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам . . . 30
Библиография . . . 31

Введение

Здоровье работников многих отраслей промышленности подвергается риску при вдыхании воздуха, содержащего токсичные металлы и металлоиды. Специалистам в области промышленной гигиены и охраны труда необходимо определять эффективность мероприятий по контролю над вредными воздействиями на работников, что обычно достигается измерениями содержания металлов и металлоидов в воздухе рабочей зоны. В настоящем стандарте приведен доступный метод измерения воздействия микроколичеств металлов и металлоидов в широком диапазоне концентраций, используемых в отраслях промышленности. Метод предназначен для применения организациями, заинтересованными в сохранении здоровья и безопасности работников; специалистами, работающими в области промышленной гигиены и охраны труда; аналитическими лабораториями и промышленными предприятиями, являющимися потребителями металлов и металлоидов, их работниками и т. д.

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой концентрации металлов и металлоидов в воздухе рабочей зоны с использованием квадрупольной масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС). Для многих металлов и металлоидов определение с использованием квадрупольного ИСП-МС предпочтительней, по сравнению с использованием атомной эмиссионной спектрометрии с индуктивной связанной плазмой, вследствие ее чувствительности и меньшего проявления спектральных мешающих влияний.

В настоящем стандарте приведены требования и методы анализа проб растворов методом квадрупольного ИСП-МС. При отборе проб твердых частиц аэрозоля пользователям настоящего стандарта следует обратиться к ИСО 15202-1, для определения процедур приготовления растворов проб для последующего анализа методом ИСП-МС — к ИСО 15202-2.

При разработке настоящего стандарта предполагалось, что выполнение его требований и интерпретацию полученных результатов будет осуществлять квалифицированный и опытный персонал.

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ВОЗДУХ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Определение содержания металлов и металлоидов в твердых частицах аэрозоля методом масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

Workplace air. Determination of metals and metalloids in airborne particulate matter by inductively coupled plasma mass spectrometry

Дата введения — 2018—12—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает методику определения растворов, содержащих твердые частицы, уловленные при отборе проб в соответствии с ИСО 15202-1 с использованием квадрупольной масс-спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (ИСП-МС). В стандарте приведена разработка методики, проверка рабочих характеристик и адаптация метода для серийного анализа.

Растворы для анализа в соответствии с приведенной методикой, готовят согласно ИСО 15202-2.

Настоящий стандарт применяют при оценке воздействия металлов и металлоидов в воздухе рабочей зоны для сравнения с предельными значениями (см. например [8], [10]).

Ниже приведен перечень металлов и металлоидов, для которых были установлены предельно допустимые значения [15] и для которых применяют одну или несколько методик подготовки проб, установленных ИСО 15202-2, и методику анализа, приведенную в настоящем стандарте. Перечень не является исчерпывающим. Информация относительно эффективности применения конкретных методик растворения проб, содержащих элементы, наименования которых выделены курсивом, отсутствует.

Алюминий	Цезий	Свинец	Платина	Вольфрам
Сурьма	Хром	Литий	Калий	*Уран*
Мышьяк	Кобальт	Магний	*Родий*	Ванадий
Барий	Медь	Марганец	Селен	Иттрий
Бериллий	Галлий	*Ртуть*	Серебро	Цинк
Висмут	*Германий*	Молибден	Натрий	Цирконий
Бор	Гафний	Никель	Теллур	
Кадмий	Индий	*Ниобий*	*Тантал*	
Кальций	Железо	Фосфор	Олово	

Методику, приведенную в настоящем стандарте, не применяют для определения содержания элементарной ртути, так как пары ртути не могут быть уловлены в соответствии с ИСО 15202-1.

Методику применяют для оценки вредного воздействия большинства металлов и металлоидов, перечисленных выше, при этом типичная объемная скорость потока для периода времени отбора проб в диапазоне от 0,5 до 8 ч составляет 2 $дм^3$/мин. Также эту методику применяют при оценке воздействия по отношению к пределам допустимого краткосрочного воздействия, когда это возможно.

Для данной методики не характерно значительное спектральное мешающее влияние при условии использования соответствующих аналитических изотопов (см. А.3). Однако неблагоприятно повлиять на результаты измерений может неполное совпадение матриц растворов.

Издание официальное

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ISO 1042, Laboratory glassware. One-mark volumetric flasks (Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой)

ISO 3585, Borosilicate glass 3.3. Properties (Боросиликатное стекло 3.3. Свойства)

ISO 8655-1, Piston-operated volumetric apparatus. Part 1: Terminology, general requirements and user recommendations (Устройства мерные, приводимые в действие поршнем. Часть 1. Терминология, общие требования и рекомендации пользователю)

ISO 8655-2, Piston-operated volumetric apparatus. Part 2: Piston pipettes (Устройства мерные, приводимые в действие поршнем. Часть 2. Пипетки, приводимые в действие поршнем)

ISO 8655-5, Piston-operated volumetric apparatus. Part 5: Dispensers (Устройства мерные, приводимые в действие поршнем. Часть 5. Дозирующие устройства) ISO 8655-6, Piston-operated volumetric apparatus. Part 6: Gravimetric methods for the determination of measurement error (Устройства мерные, приводимые в действие поршнем. Часть 6. Гравиметрические методы определения погрешности измерений)

ISO 15202-1, Workplace air. Determination of metals and metalloids in airborne particulate matter by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. Part 1: Sampling (Воздух рабочей зоны. Определение металлов и металлоидов в твердых частицах аэрозоля методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. Часть 1. Отбор проб)

ISO 15202-2, Workplace air. Determination of metals and metalloids in airborne particulate matter by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry. Part 2: Sample preparation (Воздух рабочей зоны. Определение металлов и металлоидов в твердых частицах аэрозоля методом атомной эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. Часть 2. Подготовка проб)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1 Основные определения

3.1.1 **зона дыхания** (breathing zone) <общее определение>: Пространство вокруг лица работника, из которого поступает вдыхаемый воздух.

Примечание — Адаптировано из ЕН 1540:2011 [11], 2.4.5.

3.1.2 **зона дыхания** (breathing zone) <техническое определение>: Полусфера (обычно принимается радиус 0,3 м), расположенная перед лицом человека, с центром в середине линии, соединяющей уши; основание полусферы проходит через эту линию, темя и гортань.

Примечания

1 Определение не применимо, когда используют средства индивидуальной защиты органов дыхания.

2 Адаптировано из ЕН 1540:2011 [11], 2.4.5.

3.1.3

химическое вещество (chemical agent): Любой химический элемент или соединение, чистое или в смеси, существующее в природе или образовавшееся, использующееся или выпущенное, включая отходы, в результате трудовой деятельности, произведенное преднамеренно или нет, с целью продажи или нет.

[Директива Совета 98/24/ЕС, ст. 2(a)] [16]

3.1.4 **воздействие, воздействие путем вдыхания** (exposure, exposure by inhalation): Ситуация, при которой химическое вещество присутствует в воздухе, вдыхаемом человеком.

Примечание — Адаптировано из ЕН 1540:2011 [11], 2.4.1.

3.1.5

предельное значение профессионального воздействия; (occupational exposure limit value): Предельно допустимое значение усредненного по времени содержания химического вещества в воздухе зоны дыхания работника, отнесенное к установленному регламентированному периоду.

[Директива Совета 98/24/ЕС, ст. 2(d)] [16]

3.1.6 **методика измерений, отбора проб и анализа химических веществ в воздухе** (measuring procedure for the sampling and analysis of chemical agents in air): Набор операций, специальным образом описанных, для отбора проб и анализа одного или более химических веществ в воздухе.

Примечания

1 Методика выполнения измерений обычно включает подготовку к отбору проб, собственно отбор проб, транспортирование и хранение, подготовку проб к анализу и собственно анализ.

2 Адаптировано из Руководства ИСО/МЭК 99:2007 [4].

3.1.7 **регламентированный период** (reference period): Установленный период времени, к которому отнесено предельно допустимое значение профессионального воздействия для химического вещества.

Примечания

1 Регламентированный период обычно составляет 8 ч при определении долгосрочного воздействия и 15 мин при определении краткосрочного.

2 Адаптировано из ЕН 1540:2011 [11], 2.4.7.

3.1.8

рабочая зона (workplace): Участок или участки, в котором(ых) осуществляется производственная деятельность.
[ЕН 1540, 2.5.2] [11]

3.2 Анализ

3.2.1 **анализ** (analysis): Все операции, проводимые после подготовки пробы для определения количества или массовой концентрации целевого аналита(ов).

Примечание — Адаптировано из ЕН 14902:2005, 3.1.1 [13].

3.2.2 **холостой раствор** (blank solution): Раствор, приготовленный на основе холостого реактива, лабораторной или холостой пробы для условий применения в соответствии с той же методикой, что используют для растворения пробы.

Примечания

1 Холостой раствор применяют при дальнейших операциях, таких как добавление внутреннего стандарта, если он добавляется в раствор пробы для приготовления испытательного раствора для анализа.

2 Адаптировано из ЕН 14902:2005, 3.1.2 [13].

3.2.3 **градуировочный холостой раствор** (calibration blank solution): Градуировочный раствор, приготовленный без добавления рабочего стандартного раствора.

Примечания

1 Массовую концентрацию определяемых аналитов в градуировочном холостом растворе считают равной нулю.

2 Адаптировано из ЕН 14902:2005, 3.1.2 [13].

3.2.4 **градуировочная кривая** (calibration curve): Кривая зависимости аналитического сигнала прибора от массовой концентрации стандартного раствора.

Примечание — Адаптировано из Управления по охране окружающей среды США [18].

3.2.5 **градуировочный раствор** (calibration solution): Раствор, приготовленный путем растворения стандартного раствора(ов) или рабочего стандартного раствора(ов), содержащий искомый аналит(ы) с концентрацией, подходящей для градуировки аналитического прибора.

Примечания

1 При подготовке градуировочных растворов обычно применяют метод подбора матрицы.

2 Адаптировано из ЕН 14902:2005, 3.1.4 [13].

3.2.6 **холостая проба** (field blank): Пробоотборная среда, которую подвергают той же обработке, что и среду для отбора реальной пробы, за исключением самого отбора пробы, т. е. устанавливают в пробоотборник, транспортируют к месту отбора проб и затем возвращают в лабораторию для анализа.

3.2.7 **инструментальный предел обнаружения** (instrumental detection limit): Наименьшее содержание, при котором прибор может отличить содержание аналита от фона, произведенного простейшей матрицей.

Примечание — Инструментальный предел обнаружения может быть определен из холостой, подкисленной, деионизированной или сверхчистой воды, используемой в качестве матрицы, и с использованием тех же методов расчета, что и для определения предела обнаружения метода.

3.2.8 **лабораторная холостая проба, холостая среда** (laboratory blank, media blank): Неиспользованная пробоотборная среда, взятая из той же партии, что и среда для отбора реальных проб, но не покидавшая лаборатории.

3.2.9 **линейный динамический диапазон** (linear dynamic range): Диапазон значений массовой концентрации аналита, в котором градуировочная характеристика линейна.

Примечание — Нижняя граница линейного динамического диапазона определяется пределом обнаружения, верхняя — началом изгиба градуировочной характеристики.

3.2.10 **предел обнаружения метода** (method detection limit): Минимальное содержание аналита, которому по данной методике соответствует значение выше нуля с доверительной вероятностью 99 %.

3.2.11 **предел количественного обнаружения** (quantification limit, quantitation limit): Минимальное содержание аналита, которое может быть измерено с приемлемой прецизионностью.

3.2.12 **холостой реактив** (reagent blank): Все реактивы, используемые для растворения пробы, в тех же количествах, что при приготовлении холостых растворов или растворов пробы.

Примечание — Холостой реактив используют для оценки загрязнений, привнесенных из лабораторной среды, и характеристики спектрального фона от реактивов, используемых при подготовке пробы.

3.2.13 **растворение пробы** (sample dissolution): Процесс получения раствора, содержащего все аналиты, присутствующие в пробе, результатом которого может быть как полное, так и частичное растворение пробы.

Примечание — Адаптировано из ЕН 14902.2005, 3.1.25 [13].

3.2.14 **подготовка пробы** (sample preparation): Все операции, проводимые с пробой после транспортирования и хранения, включая перевод пробы в состояние, в котором она пригодна для проведения количественного анализа, если это необходимо.

Примечание — Адаптировано из ЕН 14902:2005, 3.1.24 [13].

3.2.15 **раствор пробы** (sample solution): Раствор, приготовленный путем растворения пробы.

Примечания

1 Могут потребоваться дополнительные операции с раствором пробы, например, разбавление, для получения пригодного для анализа раствора.

2 Адаптировано из ЕН 14902:2005, 3.1.22 [13].

3.2.16 **пробоотборная среда, пробоотборная подложка, улавливающая среда, улавливающая подложка** (sampling medium, sampling substrate, collection medium, collection substrate): Среда, на которую улавливают частицы химических или биологических агентов, для последующего анализа.

ПРИМЕР — Фильтры и полиуретановая пена.

3.2.17 **обогащенная холостая среда** (spiked media blank): Холостая среда, на которую нанесено известное количество искомого аналита(ов).

3.2.18 **исходный стандартный раствор** (stock standard solution): Раствор, используемый для приготовления рабочих стандартных растворов или градуировочных растворов, содержащий искомый аналит(ы) при аттестованном содержании и прослеживаемый к национальным стандартам.

Примечание — Адаптировано из ЕН 14902:2005, 3.1.26 [13].

3.2.19 **анализируемый раствор** (test solution): Холостой раствор или раствор пробы, подвергнутый всем операциям, необходимым для его перевода в состояние, пригодное для анализа.

Примечания

1 Понятие «пригодный для анализа» предусматривает любые требуемые разбавления. Если холостой раствор или раствор пробы не подвергают каким-либо дополнительным операциям перед анализом, то это анализируемый раствор.

2 Адаптировано из ЕН 14902:2005, 3.1.30 [13].

3.2.20 **рабочий стандартный раствор** (working standard solution): Раствор, приготовленный путем разбавления исходного(ых) стандартного(ых) раствора(ов), содержащего(их) искомый аналит(ы) с содержанием, более соответствующим требованиям к приготовлению градуировочных растворов, чем содержание аналита в исходном(ых) стандартном(ых) растворе(ах).

Примечание — Адаптировано из ЕН 14902:2005, 3.1.32 [13].

3.3 ИСП-МС

3.3.1 **ячейка столкновений** (collision cell): Камера по пути следования ионов между элементами разделения отношения массы к заряду (m/z) или между областью ускорения ионизатора и первым анализатором в тандемной масс-спектрометрии в пространственной конфигурации.

Примечание — См. [19].

3.3.2 **реакционная ячейка столкновений** (collision reaction cell): Ячейка столкновений для удаления мешающих ионов путем ионных/нейтральных реакций в ИСП-МС.

Примечания

1 См. [20].

2 В реакционной ячейке столкновений для удаления мешающих объектов используют кинетическую энергию рассеивания, химические реакции или комбинацию их обоих. Возможно проведение множества химических реакций.

3.3.3 **коррозионно-стойкая система ввода проб** (corrosion-resistant sample introduction system): Система ввода проб, состоящая из распылителя, распылительной камеры и горелки инжектора, изготовленные из материала, стойкого по отношению к фтористоводородной кислоте.

3.3.4 **ИСП горелка** (ICP torch): Устройство, используемое для формирования и поддержания ИСП разряда и ввода в него пробы.

Примечание — ИСП горелка обычно состоит из трех концентрических трубок, две внешние трубки обычно изготовлены из кварца.

3.3.5 **индуктивно-связанная плазма (ИСП)** (inductively coupled plasma, ICP): Высокотемпературный разряд, возбуждаемый в потоке аргона переменным вторичным электрическим полем, создаваемым первичным электромагнитным магнитным полем с помощью катушки индуктивности, окружающей трубку, через которую проходит газ.

3.3.6 **инжектор, инжекторная трубка, центральная трубка** (injector, injector tube, centre tube): Внутренняя трубка горелки ИСП, через которую проба аэрозоля вводится в плазму.

Примечание — Инжектор обычно изготовлен из кварца или керамического материала.

3.3.7 **внутренний поток аргона, распылитель потока аргона, поток аргона для пробы** (inner argon flow, nebulizer argon flow, sample argon flow): Поток газообразного аргона, направленный через распылитель и несущий аэрозоль пробы через инжектор в плазму.

Примечание — Расход внутреннего потока аргона обычно составляет от 0,5 до 2,0 дм^3/мин.

3.3.8 **промежуточный поток аргона, вспомогательный поток аргона** (intermediate argon flow, auxiliary argon flow): Поток газообразного аргона, находящегося между промежуточной и центральной трубками (инжектором) ИСП горелки.

Примечание — Скорость промежуточного потока аргона обычно составляет от 0 до 2,0 дм^3/мин.

3.3.9 **внутренний стандарт** (internal standard): Элемент, отличный от аналита, присутствующий во всех анализируемых растворах, сигнал по которому используют для введения поправки на матричные мешающие влияния или для улучшения прецизионности анализа.

3.3.10 **катушка индуктивности (индуктор)** (load coil): Спиральная обмотка на конце ИСП трубки, подсоединенная к радиочастотному (РЧ) генератору, используемая для индуктивного связывания энергии от РЧ генератора в плазменном разряде.

3.3.11 **мешающее влияние матрицы, матричные эффекты, не спектральное мешающее влияние** (matrix interference, matrix effect, non-spectral interference): Мешающее влияние не спектральной природы, причиной которого является различие матриц градуировочного и анализируемого растворов.

3.3.12 **подбор матрицы** (matrix-matching): Способ, применяемый для снижения мешающего влияния матрицы на результаты анализа, при котором содержание кислот и других основных растворителей, используемых при приготовлении градуировочных растворов, совпадает с их содержанием в анализируемых растворах.

3.3.13 **распылитель** (nebulizer): Устройство, используемое для перевода жидкости в аэрозоль.

3.3.14 **внешний поток аргона, плазмообразующий поток аргона, охлаждающий поток аргона** (outer argon flow, plasma argon flow, coolant argon flow): Поток газообразного аргона, проходящий между внешней и промежуточной трубками ИСП горелки.

Примечание — Расход внешнего потока аргона обычно составляет от 7 до 15 дм^3/мин.

3.3.15 **спектральное мешающее влияние** (spectral interference): Помехи, вызванные наложением спектральных линий других элементов, отличных от аналита.

Примечание — Спектральное мешающее влияние включает в себя такие виды мешающего влияния, как атомное, многоатомное или вызванное наличием двухзарядных ионов. Примером атомного мешающего влияния является присутствие $^{40}Ar^+$ на $^{40}Ca^+$. Примером многоатомного мешающего влияния является присутствие $^{40}Ar^{16}O^+$ на $^{56}Fe^+$. Примером мешающего влияния от двухзарядных ионов является присутствие $^{48}Ti^{2+}$ на $^{24}Mg^+$ (см. [21]).

3.3.16 **распылительная камера** (spray chamber): Устройство, расположенное между распылителем и ИСП горелкой, предназначенное для разделения капель аэрозоля в соответствии с их размером так, чтобы только очень мелкие капли попадали в плазму, а крупные капли стекали или отводились в слив с помощью насоса.

3.3.17 **настройка** (tuning): Анализ раствора, содержащего ряд изотопных масс, для оценки точности шкалы масс у ИСП-МС, разрешающей способности масс-спектрометра, интенсивности сигнала и прецизионности перед калибровкой.

Примечание — См. [18].

3.4 Статистика

3.4.1

аналитическое извлечение (analytical recovery): Отношение измеренной массы аналита пробы к известной массе аналита в этой пробе.

Примечание — Аналитическое извлечение обычно приводят в процентах.

[ЕН 1540, 5.1.1] [11]

3.4.2

смещение (bias): Разница между математическим ожиданием результатов испытаний или измерений и истинным значением.

Примечания

1 Смещение является общей систематической погрешностью в противоположность случайной. Оно может состоять из одного или более компонентов, образующих систематическую погрешность. Большая систематическая разница от истинного значения соответствует большему значению смещения.

2 Смещение измерительного прибора обычно оценивают усреднением погрешности показания соответствующего количества повторяющихся измерений. Погрешность вычисляют как разность между показанием измерительного прибора и истинным значением соответствующей входной величины.

3 На практике принятое исходное значение заменяют истинным значением.

4 В случае методик измерения для отбора проб и анализа химических веществ в воздухе принятое исходное значение может быть, например паспортным значением эталонного вещества, массовой концентрацией или искомым значением межлабораторного сличения.

[ИСО 3534-2:2006, 3.3.2] [1]

3.4.3

коэффициент охвата, *k* (coverage factor, *k*): Числовой коэффициент, используемый как множитель для суммарной стандартной неопределенности при вычислении расширенной неопределенности.

Примечание — Коэффициент охвата *k* обычно составляет от 2 до 3.

[Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008] [3]

3.4.4

суммарная стандартная неопределенность u_c (combined standard uncertainty u_c): Стандартная неопределенность результата измерения, полученного на основе значений других величин, равная положительному квадратному корню из суммы членов, которыми могут быть дисперсии или ковариации этих других величин, взятые с весами, характеризующими изменение результата измерений под воздействием изменений этих величин.

[Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008] [3]

3.4.5

расширенная неопределенность (expanded uncertainty): Величина, определяющая интервал вокруг результата измерения, в котором, можно ожидать, находится большая часть значений распределения, которые с достаточным основанием могут быть приписаны измеряемой величине.

[Руководство ИСО/МЭК 98-3:2008] [3]

3.4.6

прецизионность (precision): Степень близости друг к другу независимых результатов измерений/испытаний, полученных в конкретных регламентированных условиях.

Примечания

1 Прецизионность зависит только от распределения случайных погрешностей и не имеет отношения к истинному значению или установленному значению измеряемой величины.

2 Меру прецизионности обычно выражают в единицах неточности и вычисляют как стандартное отклонение результатов испытаний или результатов измерений. Меньшая прецизионность соответствует большему стандартному отклонению.

3 Количественные значения прецизионности существенно зависят от регламентированных условий. Крайними случаями совокупностей таких условий являются условия повторяемости и условия воспроизводимости.

[ИСО 3534-2:2006, 3.3.4] [1]

3.4.7

истинное значение (true value): Значение, которое характеризует качественную или количественную характеристику, точно определенную при тех условиях, при которых ее рассматривают.

Примечание — Истинное значение качественной или количественной характеристики величины представляет собой теоретическое понятие и, в общем случае, оно не может быть известно точно.

[ИСО 3534-2:2006, 3.2.5] [1]

3.4.8 **неопределенность (измерения)** (uncertainty <of measurement>): Параметр, связанный с результатом измерения, характеризующий рассеяние значений, которые могли быть обоснованно приписаны измеряемой величине.

Примечания

1 В качестве параметра может выступать, например, стандартное отклонение (или значение, кратное ему) или ширина доверительного интервала.

2 Неопределенность измерения в общем виде включает в себя множество составляющих. Некоторые из них могут быть оценены, исходя из статистического распределения результатов ряда измерений, и охарактеризованы через стандартные отклонения. Другие составляющие, которые также могут быть охарактеризованы через стандартные отклонения, оценивают исходя из предполагаемых распределений вероятностей, основанных на опыте или другой информации. В руководстве ИСО/МЭК 98-3 [4] эти два случая рассмотрены как оценивание неопределенности типа А и типа В соответственно.

3 Адаптировано из Руководства ИСО/МЭК 99:2007 [4].

4 Основные принципы

4.1 Твердые частицы аэрозоля, содержащие металлы и металлоиды, улавливают с использованием метода, установленного в ИСО 15202-1.

4.2 Отобранную пробу и фильтр затем обрабатывают для перевода определяемых металлов и металлоидов в раствор, используя одну из методик подготовки пробы, установленных в ИСО 15202-2.

4.3 Полученные растворы анализируют на содержание определяемых металлов и металлоидов с использованием квадрупольного масс-спектрометра с индуктивно связанной плазмой.

5 Требования

Методика выполнения измерений (приведенная в ИСО 15202-1, ИСО 15202-2 и настоящем стандарте) должна соответствовать международным, европейским и национальным стандартам, например, [9] и [12], устанавливающим требования к методикам выполнения измерений химических веществ в воздухе рабочей зоны.

6 Реактивы

При проведении анализа используют только те реактивы, для которых установлена аналитическая степень чистоты, и воду в соответствии с 6.1.

6.1 Вода, полученная с помощью системы очистки для получения ультрачистой воды, с удельным электрическим сопротивлением не менее 0,18 МОм · м (обычно выражаемым изготовителями систем очистки воды 18 МОм · см).

6.2 Неорганические кислоты концентрированные

6.2.1 Общие положения

Для приготовления градуировочных растворов с совпадающими матрицами (см. 6.4.2), требуются различные виды неорганических кислот (от 6.2.2 до 6.2.6)

Массовая концентрация определяемых металлов и металлоидов не должна превышать 0,1 мг/дм^3.

Могут потребоваться неорганические кислоты более высокой чистоты для получения соответствующих пределов обнаружения для некоторых металлов и металлоидов, например, бериллия.

6.2.2 Азотная кислота концентрированная, $\rho_{HNO_3} \approx 1{,}42$ г/см^3, массовая доля $w_{HNO_3} \approx 70$ %.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Концентрированная азотная кислота является едким коррозионным соединением, проявляющим свойства сильного окислителя, а ее пары вызывают раздражение слизистых оболочек. Следует избегать контакта кислоты с кожей и глазами, а также вдыхания ее паров. При работе с концентрированной или разбавленной азотной кислотой необходимо использовать средства индивидуальной защиты (в том числе подходящие перчатки, защитную маску или очки и т. п.).

6.2.3 Хлорная кислота концентрированная, $\rho_{HClO_4} \approx 1{,}67$ г/см^3, массовая доля $w_{HClO_4} \approx 70$ %.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Концентрированная хлорная кислота является едким коррозионным соединением, проявляющим свойства сильного окислителя, а ее пары вызывают раздражение слизистых оболочек. Следует избегать контакта кислоты с кожей и глазами, а также вдыхания ее паров. При работе с концентрированной или разбавленной хлорной кислотой необходимо использовать средства индивидуальной защиты (в том числе подходящие перчатки, защитную маску или очки и т. п.). В целях безопасности необходимо использовать ограниченные количества хлорной кислоты.

Не рекомендуется использование хлорной кислоты для анализа металлов и металлоидов, в случае проявления мешающего влияния многоатомных ионов, содержащих хлор; использование хлорной кислоты также не рекомендуется при использовании реакционной ячейки столкновений.

6.2.4 Соляная кислота концентрированная, $\rho_{HCl} \approx 1{,}18$ г/см^3, массовая доля $w_{HCl} \approx 36$ %.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Концентрированная соляная кислота является едким коррозионным соединением, проявляющим свойства сильного окислителя, а ее пары вызывают раздражение слизистых оболочек. Следует избегать контакта кислоты с кожей и глазами, а также вдыхания ее паров. При работе с концентрированной или разбавленной соляной кислотой необходимо использовать средства индивидуальной защиты (в том числе подходящие перчатки, защитную маску или очки и т. п.). Действия с концентрированной соляной кислотой в открытых сосудах проводят в вытяжном шкафу. Давление насыщенных паров соляной кислоты высокое, поэтому при приготовлении смесей соляной кислоты с водой необходимо учитывать возможное повышение давления в закрытых колбах.

Не рекомендуется использование соляной кислоты для анализа металлов и металлоидов, в случае проявления мешающего влияния многоатомных ионов, содержащих хлор; использование соляной кислоты также не рекомендуется при использовании реакционной ячейки столкновений.

6.2.5 Серная кислота концентрированная, $\rho_{H_2SO_4} \approx 1{,}84$ г/см^3, массовая доля $w_{H_2SO_4} \approx 98$ %.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Концентрированная серная кислота является едким коррозионным соединением и вызывает серьезные ожоги. Следует избегать контакта с кожей или глазами. При работе с концентрированной или разбавленной серной кислотой необходимо использовать средства индивидуальной защиты (в том числе подходящие перчатки, защитную маску или очки и т. п.). Разбавление серной кислоты водой следует проводить с особой осторожностью, так как этот процесс является сильно экзотермическим. Не следует добавлять воду к серной кислоте, поскольку при смешении подобным образом происходит бурная реакция. Смеси серной кислоты с водой приготавливают путем добавления серной кислоты к воде.

Не рекомендуется использование серной кислоты для анализа металлов и металлоидов, в случае мешающего влияния многоатомных ионов, содержащих серу; использование серной кислоты также не рекомендуется при использовании реакционной ячейки столкновений.

6.2.6 Фтористоводородная кислота концентрированная, $\rho_{HF} \approx 1{,}16$ г/см^3, массовая доля $w_{HF} \approx 48$ %.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Концентрированная фтористоводородная кислота является очень токсичной при вдыхании, контакте с кожей или проглатывании. Она является агрессивным соединением и вызывает серьезные ожоги. При использовании фтористоводородной кислоты следует проявлять особую осторожность. Избегают контакта с кожей или глазами, а также вдыхания паров кислоты. ВАЖНО при работе с концентрированной или разбавленной фтористоводородной кислотой использовать соответствующие средства индивидуальной защиты (в том числе подходящие перчатки, защитную маску и т. п.). Действия с концентрированной фтористоводородной кислотой в открытых сосудах следует проводить в вытяжном шкафу. Перед началом работы следует обеспечить понимание лаборантами природы и серьезности ожогов, полученных в результате контакта с кислотой. Во время работы с фтористоводородной кислотой и в течение 24 ч по окончании работы следует иметь при себе специальный крем от ожогов (содержащий глюконат кальция). Крем наносят на загрязненный участок кожи после промывания области воздействия большим количеством воды. В случае ожога следует немедленно обратиться к врачу.

Примечание — Ощущение ожога, возникающее уже при контакте со многими концентрированными кислотами, в случае воздействия фтористоводородной кислоты может наступить не сразу, а по истечении нескольких часов. Относительно слабые растворы фтористоводородной кислоты могут проникать в кожу, последствия этого аналогичны контакту с концентрированной кислотой.

При использовании фтористоводородной кислоты рекомендуется надевать сначала одноразовые перчатки, а затем подходящие резиновые перчатки для обеспечения дополнительной защиты кожи рук.

Не рекомендуется использование фтористоводородной кислоты для анализа металлов и металлоидов, в случае мешающего влияния многоатомных ионов, содержащих фтор; использование фтористоводородной кислоты также не рекомендуется при использовании реакционной ячейки столкновений.

6.3 Исходные стандартные растворы, используемые для приготовления градуировочных растворов

6.3.1 Для приготовления градуировочных растворов используют серийно выпускаемые сертифицированные стандартные растворы с одним или несколькими определяемыми элементами, прослеживаемые к национальным эталонам. Используемые растворы должны включать все определяемые металлы и металлоиды в соответствующей концентрации. Учитывают срок годности, указанный изготовителем, а также рекомендуемый срок хранения.

Примечание — Доступные коммерчески исходные стандартные растворы для металлов и металлоидов имеют соответствующие номинальные концентрации от 100 до 10 000 мг/дм^3 для одноэлементных растворов и от 10 до 1 000 мг/дм^3 для многоэлементных растворов.

6.3.2 Возможно приготовление исходных стандартных растворов с одним элементом с использованием металлов высокой степени чистоты или их солей. Методика приготовления растворов должна

соответствовать цели использования, а градуировка любого используемого спектрометра должна быть прослеживаемой к национальным стандартам. Растворы хранят в подходящих емкостях, например бутылях из полипропилена (7.5). Максимальная рекомендуемая продолжительность хранения составляет 1 год с момента приготовления.

6.4 Стандартные рабочие растворы и градуировочные растворы

6.4.1 Приготавливают стандартный рабочий раствор или, при необходимости, растворы, содержащие все определяемые металлы и металлоиды в соответствующей массовой концентрации. Пипеткой аккуратно вводят соответствующие объемы каждого исходного стандартного раствора одного элемента или соответствующий объем стандартного раствора нескольких элементов (6.3) в маркированную мерную колбу с одной меткой (7.1). Для обеспечения стабильности аналита добавляют необходимый объем подходящей неорганической кислоты (6.2). Доводят объем раствора водой (6.1) почти до метки, закрывают и перемешивают вращательными движениями. Дают остыть до комнатной температуры, добавляют воду до метки, закрывают и тщательно перемешивают.

Аналиты, которые группируют в стандартном рабочем растворе, должны быть тщательно подобраны с учетом химической совместимости и предотвращения спектрального мешающего влияния. Также для обеспечения стабильности аналита тщательно подбирают добавляемую неорганическую кислоты и ее объем.

6.4.2 Из стандартного рабочего раствора готовят ряд градуировочных растворов, в соответствующем диапазоне концентраций, обычно от 1 до 100 мкг/дм^3, для каждого определяемого металла и металлоида. Рекомендуется, готовить минимум три градуировочных раствора. Также готовят градуировочный холостой раствор (см. 3.2.2). При приготовлении каждой серии градуировочных растворов, пипеткой аккуратно вводят соответствующие объемы рабочего стандартного раствора (6.4.1) или исходного стандартного раствора (6.3) в отдельные маркированные мерные колбы вместимостью 100 см^3 (7.1). Добавляют реактивы (см. приведенные ниже абзацы данного подпункта), требующиеся для совпадения матриц градуировочных и контрольных растворов (см. 8.2.10.1). Разбавляют водой (6.1) почти до метки, закрывают пробкой и перемешивают вращательными движениями. Дают остыть до комнатной температуры, добавляют воду до метки, закрывают и тщательно перемешивают. Градуировочные растворы готовят ежедневно.

Реактив(ы) и используемый(ые) объем(ы), необходимый(ые) для совпадения матриц градуировочных и анализируемых растворов, выбирают в зависимости от метода, используемого для растворения пробы. В таблице 1 приведена информация, необходимая для получения совпадающих матриц анализируемых растворов, приготовленных различными методами, установленными в ИСО 15202-2. Однако, также следует учитывать вклад концентрации кислот, содержащихся в исходном стандартном растворе(ах), используемом для приготовления градуировочных растворов, в общую массовую концентрацию кислот.

Таблица 1 — Реактивы, необходимые для приготовления градуировочных растворов с совпадающими матрицами

Метод растворения пробы	Требуемые реагенты для приготовления матричных градуировочных растворов
ИСО 15202-2, приложение B	10 см^3 азотной кислоты (6.2.2)
ИСО 15202-2, приложение C	4 см^3 азотной кислоты (6.2.2) и 20 см^3 соляной кислоты (6.2.4)
ИСО 15202-2, приложение D	20 см^3 азотной кислоты (6.2.2)
ИСО 15202-2, приложение E	4 см^3 серной кислоты (6.2.5) и 20 см^3 соляной кислоты (6.2.4)
ИСО 15202-2, приложение F	4 см^3 хлорной кислоты (6.2.3) и 20 см^3 соляной кислоты (6.2.4)
ИСО 15202-2, приложение G (G.6.1)	20 см^3 азотной кислоты (6.2.2)
ИСО 15202-2, приложение G (G.6.1, G.6.5)	20 см^3 азотной кислоты (6.2.2) и 20 см^3 соляной кислоты (6.2.4)
ИСО 15202-2, приложение G (G.6.2)	16 см^3 азотной кислоты (6.2.2) и 4 см^3 хлорной кислоты (6.2.3)
ИСО 15202-2, приложение G (G.6.2, G.6.5)	16 см^3 азотной кислоты (6.2.2) и 4 см^3 хлорной кислоты (6.2.3) и 20 см^3 соляной кислоты (6.2.4)

Окончание таблицы 1

Метод растворения пробы	Требуемые реагенты для приготовления матричных градуировочных растворов
ИСО 15202-2, приложение G (G.6.3)	20 см^3 азотной кислоты (6.2.2) или 16 см^3 азотной кислоты (6.2.2) и 4 см^3 хлорной кислоты
ИСО 15202-2, приложение G (G.6.3, G.6.5)	20 см^3 азотной кислоты (6.2.2) и 20 см^3 соляной кислоты (6.2.4) или 16 см^3 азотной кислоты (6.2.2), 4 см^3 хлорной кислоты (6.2.3) и 20 см^3 соляной кислоты (6.2.4)

Матрицы градуировочных растворов должны совпадать и в отношении содержания фтористоводородной кислоты, если анализируемые растворы были приготовлены из проб, собранных на кварцевый фильтр с использованием фтористоводородной кислоты. Обычно стараются избегать приготовления растворов с матрицами, совпадающими в отношении содержания фтористоводородной кислоты (см. предупреждение 6.2.6), но это необходимо в случаях, когда воздействие кислоты на кварцевые фильтры приводит к высоким массовым концентрациям кремния (и возможно других элементов, таких как алюминий, кальций и натрий) в анализируемых растворах. Поэтому градуировочные растворы должны быть подготовлены путем добавления соответствующих объемов стандартного рабочего раствора (6.4.1) или исходного стандартного(ных) раствора(ов) (6.3) на чистые кварцевые фильтры, для которых применяют метод растворения пробы, приведенный в соответствующем приложении ИСО 15202-2. В этом случае необходимо использовать пластмассовую мерную лабораторную посуду, стойкую к воздействию фтористоводородной кислоты, а также коррозионно-стойкую систему ввода проб.

6.5 Внутренние исходные стандартные растворы

6.5.1 Для приготовления внутренних исходных стандартных растворов используют серийно-выпускаемые стандартные растворы или раствор одного элемента. Стандартный раствор(ы) должен содержать элемент(ы), используемый(е) в качестве внутреннего стандарта(ов) в соответствующей концентрации, а матрица(ы) стандартного одноэлементного раствора(ов), используемого(ых) для добавления внутреннего стандарта, должна быть совместима с определяемыми металлами и металлоидами. Для выбора элементов для внутреннего стандарта см. 8.2.11.

6.5.2 В качестве альтернативы для приготовления исходного стандартного раствора(ов) одного элемента можно использовать металлы высокой чистоты или их соли.

6.6 Аргон, подходящий для использования в ИСП-МС.

7 Лабораторное оборудование

Используется обычное лабораторное оборудование и в особенности приведенное ниже.

7.1 Мерные колбы с одной меткой, вместимостью от 50 до 1000 см^3, соответствующие требованиям к классу А по ИСО 1042, изготовленные из боросиликатного стекла 3.3, соответствующего требованиям ИСО 3585, очищенные перед использованием путем замачивания в растворе азотной кислоты, разбавленной в пропорции 1:9 (6.4) в течение не менее 24 ч с последующим тщательным промыванием водой (6.1).

7.2 Одноразовые трубки, пластиковые, совместимые со штативом для трубок автоматического пробоотборника ИСП-МС.

Примечание — Для получения информации по использованию трубок для минимизации потенциальных потерь на стенках и загрязнений см. 8.2.9.

7.3 Плунжерные объемно-дозирующие устройства, соответствующие требованиям ИСО 8655-1 и испытанные в соответствии с ИСО 8655-6, в том числе пипеточные дозаторы, соответствующие требованиям ИСО 8655-2, используемых для приготовления стандартных, градуировочных и анализируемых растворов; и дозаторы, соответствующие требованиям ИСО 8655-5, используемые для дозирования кислот.

7.4 Одноразовые перчатки, водонепроницаемые и без присыпки, чтобы избежать возможности загрязнения и для предохранения от контакта с токсичными и коррозионными веществами. Подходящими являются перчатки из поливинилхлорида (ПВХ).

7.5 Бутыль из полипропилена, имеющая низкую плотность, с герметично завинчивающейся крышкой.

Можно использовать бутыли, изготовленные из других пластмасс, при том условии, что они подходят для конкретной цели использования (см. 6.3.2 и 6.4.1).

7.6 Квадрупольный масс-спектрометр с индуктивно-связанной плазмой, управляемый компьютером, оснащенный автоматическим устройством подачи проб, предпочтительно с системой проточной промывки.

8 Методика

8.1 Подготовка растворов проб

Подготавливают растворы проб к анализу в соответствии с настоящим стандартом, используя один из методов растворения пробы, приведенных в ИСО 15202-2.

В случае необходимости получения соответствующих пределов обнаружения для некоторых металлов и металлоидов используют реагенты более высокой чистоты, чем приведено в ИСО 15202-2.

8.2 Разработка методики

8.2.1 Общие положения

Разрабатывают и проводят валидацию методики количественного анализа растворов проб, приготовленных в соответствии с ИСО 15202-2, которая подходит для использования с имеющимся в наличии прибором(ами) ИСП-МС. В процессе разработки методики на начальном этапе используют характеристики спектрометра, указанные производителем. При разработке методики анализа с помощью ИСП-МС обращаются к руководству по эксплуатации, предоставленному производителями спектрометров, а также международным, европейским и национальным стандартам.

Примечание — Анализ с использованием ИСП-МС растворов, приготовленных из проб воздуха рабочей зоны, применяют для разнообразных ИСП-спектрометров. Например, система ИСП-МС может быть оборудована несколькими типами реакционных ячеек столкновения. Каждый из таких типов приборов настраивается и работает различным образом. Существуют некоторые принципы, которые применяют при разработке методики для всех ИСП-МС спектрометров, но многие применимы лишь к конкретным спектрометрам или типам спектрометров.

8.2.2 Мешающие влияния

Необходимо рассмотреть значимость любого известного мешающего влияния с учетом цели измерений (более подробная информация приведена в приложении А). По литературным данным для каждого потенциально пригодного отношения массы к заряду следует рассмотреть взаимосвязь между интенсивностью мешающего влияния и относительными предельными значениями для определяемых элементов. Если сумма значений всех потенциальных мешающих влияний более чем в 0,1 раз превышает предельное значение аналита, то рассматривают альтернативные варианты, такие как другое отношение массы к заряду или использование реакционной ячейки столкновений (при наличии).

Использование реакционной ячейки столкновений может устранить многие изобарные, элементные или многоатомные мешающие влияния (при наличии), а также оно предпочтительнее использования других отношений массы к заряду, которые могут быть менее чувствительными в отличие от основного отношения массы к заряду для интересующего вещества, определяемого при анализе.

8.2.3 Система ввода пробы

Систему ввода проб выбирают с учетом заданного уровня чувствительности и природы матрицы анализируемого раствора. В большинстве случаев подходящей считается стандартная система ввода проб, предоставляемая производителем спектрометра.

Если спектрально чистые анализируемые растворы содержат фтористоводородную кислоту, то необходимо использовать коррозионно-стойкую систему ввода проб и платиновые конусы.

Высокоэффективные и ультразвуковые распылители обеспечивают большую чувствительность по сравнению с традиционными пневматическими распылителями. Однако они могут быть менее устойчивыми к коррозии. Тем не менее, выгодным может быть использование высокоэффективных и ультразвуковых распылителей в случае низких пределов количественного определения, например, при определении металлов или металлоидов с особенно низким предельно допустимым значением, например бериллия, или при коротком времени отбора проб.

8.2.4 Анализируемая масса

Выбирают одно или несколько значений аналитической массы для измерения содержания каждого определяемого металла или металлоида. В таблице 2 приведена информация о рекомендуемых массах и инструментальных пределах обнаружения, которые могут быть достигнуты при оптимальных условиях ([22]—[25]). Учитывают относительную распространенность металла или металлоида в выбранной мас-

се, заданные пределы количественного определения и мешающее влияние, которые могут быть значительными для каждой вероятной массы. Как правило, самой удобной является масса, обладающая большей чувствительностью, при этом необходимо избегать использования масс, на которые может быть оказано потенциальное мешающее влияние.

Примечание — Для устранения множества спектральных перекрытий или другого мешающего влияния, в большинстве систем ИСП-МС используется специальное программное обеспечение, использующее кратные массы.

Таблица 2 — Рекомендуемые изотопы для анализа и типичные инструментальные пределы обнаружения [22]—[25]

Элемент	Рекомендуемые изотопы для анализа*	Инструментальные пределы обнаружения**
Алюминий	27	0,0006—0,027
Сурьма	121, 123	0,0002—0,0009
Мышьяк	75	0,0006—0,02
Барий	135, 137, 138	0,00002—0,003
Бериллий	9	0,0001—0,003
Висмут	209	0,00004—0,003
Бор	10, 11	0,001—0,003
Кадмий	106, 108, 111, 114	0,00009—0,0009
Цезий	133	0,000 01—0,0003
Кальций	43,44	0,0002—1,5
Хром	52, 53	0,0002—0,013
Кобальт	59	0,00008—0,002
Медь	63, 65	0,0001—0,003
Галлий	69, 71	0,0002—0,0004
Германий	72, 74	0,0003—0,002
Гафний	178	0,0001—0,0008
Индий	115	0,00001—0,0007
Железо	56, 57	0,0003—0,46
Свинец	206, 207, 208	0,0004—0,0006
Литий	6, 7	0,00009—0,004
Магний	24, 25	0,00007—0,120
Марганец	55	0,00007—0,005
Ртуть	199, 201, 202	0,0001—0,016
Молибден	95, 98	0,0001—0,002
Никель	58, 60	0,0004—0,1
Ниобий	93	0,00001—0,0006
Фосфор	31	0,1—0,5
Платина	195	0,00005—0,002
Калий	39	0,0002—3,0
Родий	103	0,00001—0,0002
Селен	77, 82	0,0007—0,4

Окончание таблицы 1

Элемент	Рекомендуемые изотопы для анализа*	Инструментальные пределы обнаружения**
Серебро	107, 109	0,00005—0,002
Натрий	23	0,0003—2
Теллур	125, 126	0,0001—0,0008
Таллий	203, 205	0,00004—0,0004
Олово	118, 120	0,0002—0,005
Вольфрам	182, 184	0,0002—0,005
Уран	238	0,00001—0,0001
Ванадий	51	0,0002—0,003
Иттрий	89	0,00002—0,0002
Цинк	64, 66, 68	0,0001—0,018
Цирконий	90	0,00003—0,0003

* Изотопы, рекомендуемые для определения аналитическим путем, подчеркнуты. Могут использоваться другие массы, но при этом должно быть задокументировано мешающее влияние.

** Инструментальные пределы обнаружения основаны на данных, соответствующих трем средним квадратичным отклонениям. Такие параметры, как использование в чистых помещениях, наличие реакционной ячейки и режима, в котором использовалась система (например, отсутствие газа, газ столкновений и/или химически активный газ), тип используемого конуса (Ni или Pt), значительно различаются. Для уточнения деталей следует обратиться к индивидуальным ссылкам.

8.2.5 Условия создания плазмы

8.2.5.1 Поток газа

При обычных условиях используют потоки газа, рекомендуемые производителем для внутренних, промежуточных, и внешних потоков аргона. При необходимости можно оптимизировать (внутренний) поток аргона в распылителе для конкретного применения.

Примечания

1 Расход аргона в распылителе может стать решающим фактором, так как он в значительной степени определяет время удерживания аналита в плазме. Чем больше время удерживания, тем дольше элемент необходимо атомизировать, ионизировать и переводить его атомы в возбужденное состояние. В методе с использованием ИСП-МС предпочтительна ионизация, а не возбуждение молекул. Соответствующее время пребывания для каждого аналита зависит от его потенциала ионизации. При определении соответствующего расхода необходимо учитывать эффективность распылителя, поскольку небольшой расход может вызвать значительное понижение его эффективности.

2 Поток аргона из распылителя не всегда равен внутреннему потоку аргона.

8.2.5.2 Мощность радиочастотного поля

При обычных условиях используют мощность радиочастотного (РЧ) поля, рекомендуемую производителем. Однако можно оптимизировать мощность РЧ поля для конкретного применения.

Примечание — Мощность РЧ поля, применяемого к плазме, подбирают в соответствии с аналитической задачей. Чем больше мощность РЧ поля, применяемого для связывания, тем выше становится температура плазмы. Для элементов, которые легко переходят в возбужденное состояние, использование меньшей мощности повышает чувствительность.

8.2.5.3 Глубина отбора проб

Глубина отбора проб определяется расстоянием от входного отверстия пробоотборного конуса до его основания и индуктора электронагревателя, в мм [26]. При обычных условиях используют глубину отбора проб, рекомендуемую производителем. Однако, для конкретного применения, глубину отбора проб можно оптимизировать.

Примечание — В общем случае, при постоянной мощности и уровне расхода газа распылителя, увеличение глубины отбора проб снижает подсчет ионов [22].

8.2.6 Рабочие характеристики прибора

Обращаются к руководству по эксплуатации спектрометра и в зависимости от его типа и марки определяют оптимальную настройку основных рабочих характеристик, например мощность детектора, время и число интегрирований.

8.2.7 Скорость ввода пробы

При нормальных условиях при вводе проб используют значение расхода, рекомендованное в руководстве по эксплуатации распылителя. Однако режим работы распылителя может быть оптимизирован для достижения соответствующего соотношения между интенсивностью сигнала и скоростью ввода проб.

8.2.8 Параметры промывки пробы

Определяют подходящий раствор для промывки, время промывки, расход и время задержки считывания. Проводят испытания для подтверждения отсутствия значительных эффектов памяти.

8.2.9 Минимизация потерь на стенках и загрязнения

Для минимизации потенциальных потерь вещества, определяемого при анализе, за счет оседания на стенках емкостей для хранения градуировочных и испытуемых растворов, а также снижения вероятности загрязнения реагентов и лабораторного оборудования, необходимо предпринять шаги по разработке соответствующей аналитической методики. Более подробная информация приведена ниже.

Для минимизации потенциальных потерь на стенках используют емкости из инертных материалов (например, полипропилен, полиэтилен или политетрафторэтилен), также обеспечивают высокую концентрацию кислоты в градуировочных и испытуемых растворах, которая препятствует потере вещества.

Примечание — Степень сорбции вещества, определяемого при анализе, на стенках емкости определяется материалом, из которого она изготовлена, и его шероховатостью, кислотностью раствора и концентрацией вещества, определяемого при анализе.

Для минимизации потенциальных загрязнений градуировочных и испытуемых растворов, реагентов и лабораторного оборудования необходимо:

a) производить очистку многоразового лабораторного оборудования (включая пробки);

b) производить очистку лабораторного оборудования из пластика перед использованием, в случае если поставщик не прикладывает сертификат о микроэлементном составе или представительная партия оборудования была испытана, и был определен низкий уровень микроэлементов;

c) производить очистку лабораторного оборудования с использованием бесфосфатных моющих средств;

d) производить промывку лабораторного оборудования, такого как штативы для микропипеток и трубок автоматического пробоотборника, испытуемым раствором перед использованием, если это возможно;

e) использовать только ультрачистые реагенты;

f) использовать только кислостойкие перчатки без присыпки;

g) готовить пробы и проводить анализ в среде, свободной от частиц аэрозоля, насколько возможно.

8.2.10 Градуировочные растворы

8.2.10.1 Совпадение матриц

Матрицы градуировочных растворов должны совпадать с матрицами анализируемых растворов, при этом по возможности нужно избегать приготовления градуировочных растворов с использованием фтористоводородной кислоты (см. предупреждение 6.2.6).

Если анализируемые растворы, приготовленные в соответствии с ИСО 15202-2, содержат фтористоводородную кислоту, то при приготовлении градуировочных растворов ее обычно заменяют азотной кислотой той же концентрации. За исключением некоторых случаев (см. 6.4.2), это незначительно влияет на результаты измерений, обеспечивает большую безопасность и позволяет готовить градуировочные растворы в мерной стеклянной посуде.

8.2.10.2 Диапазон градуировки

Линейный динамический диапазон измерений для каждого выбранного аналита определяют экспериментальным путем в установленных рабочих условиях. Затем выбирают диапазон значений массовой концентрации аналита, для которого необходимо приготовить градуировочные растворы.

При выборе диапазона значений массовой концентрации необходимо учитывать использование двух и более отношений массы к заряду для одного (конкретного) аналита.

8.2.10.3 Хранение градуировочных растворов

Необходимо ежедневно готовить свежие градуировочные растворы или хранить их максимально короткое время, выбранное по результатам экспериментов по определению стабильности.

Примечание — Стабильность градуировочных растворов зависит от многих факторов, например, концентрации вещества, определяемого при анализе, испытуемой матрицы, природы емкости для хранения и условий хранения.

8.2.11 Выбор внутренних стандартов

Необходимо выбрать определенное число и комбинацию внутренних стандартов для корректировки дрейфа прибора, физического мешающего влияния и для изменения эффективности переноса ионов в пределах ИСП-МС. Для сканирования полного диапазона значений массы используют минимум три внутренних стандарта, при этом рекомендуется использовать пять внутренних стандартов. Гарантируют, чтобы элементы выбранного внутреннего стандарта соответствовали цели измерений, обладали соответствующей чувствительностью и были химически совместимы с матрицей анализируемого раствора (т. е. не приводили к выпадению осадка). В таблице 3 приведен неисчерпывающий список внутренних стандартов и ограничений на их использование.

Элемент(ы) выбранного внутреннего стандарта не должны присутствовать в испытуемой пробе на уровне, при котором они оказывают негативное влияние на результаты испытаний.

Внутренний стандарт может быть использован для того, чтобы скорректировать изменения в эффективности распылителя, которое может возникать во время анализа. Также внутренние стандарты могут быть использованы для того, чтобы скорректировать мешающее влияние, которое является результатом несовпадения матриц градуировочного и испытуемого растворов. Совпадение матриц градуировочных и анализируемых растворов, как правило, является необходимым.

Таблица 3 — Внутренние стандарты и возможные ограничения их использования

Внутренний стандарт	Порядковый номер	Возможные ограничения
Литий	7	Может присутствовать в пробах
Скандий	45	Мешающее влияние многоатомных ионов; может присутствовать в пробах
Иттрий	89	Может присутствовать в пробах
Родий	103	—
Индий	115	Изобарическое мешающее влияние для олова
Тербий	159	—
Гольмий	165	—
Лютеций	175	—
Платина	195	—
Висмут	209	Может присутствовать в пробах

8.3 Проверка характеристик прибора

8.3.1 Визуальный контроль

Перед началом работы следует проводить регулярный внешний осмотр прибора и вспомогательных устройств. При этом следуют положениям руководства по эксплуатации.

Более подробные рекомендации приведены в приложении В.

8.3.2 Проверка производительности и диагностика ошибок

Следует ежедневно проводить проверку характеристик прибора для подтверждения правильности его функционирования в соответствии со спецификациями. Если есть подозрения, что прибор функционирует неправильно, то проводят более тщательную диагностику неисправностей. При этом следуют положениям руководства по эксплуатации.

8.4 Серийный анализ

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — При работе с концентрированными или разбавленными кислотами следует использовать соответствующие средства индивидуальной защиты (в том числе подходящие перчатки, защитную маску или очки и т. п.), см. 6.2.

8.4.1 Разбавление раствора пробы

Выполняют все необходимые разбавления раствора пробы перед или одновременно с добавлением внутренних стандартов.

8.4.2 Добавление внутренних стандартов

Внутренний стандарт добавляют во все подлежащие количественному анализу растворы так, чтобы его концентрация была в них одинаковой (т. е. в градуировочные растворы, холостые растворы, растворы проб и растворы для контроля качества).

Примечание — Внутренние стандарты могут быть добавлены путем введения с помощью пипетки известного объема исходного стандартного раствора в каждый подлежащий количественному определению раствор известного объема или введения также с помощью пипетки известного объема исходного стандартного раствора в каждую пробирку с пробой до добавления испытуемого раствора. Возможно смешивание подлежащего количественному определению раствора и раствора, содержащего внутренний стандарт(ы), во время ввода пробы с использованием двухканального перистальтического насоса, тройника и смесителя в форме змеевика.

8.4.3 Определение ртути

Если необходимо определить ртуть, то во все измеряемые растворы следует прибавить 2 %-ый раствор ионов золота в водном растворе соляной кислоты (HCl) так, чтобы конечная концентрация ионов золота в растворах была равна 100 мкг/дм^3. Перед анализом выдерживают растворы, по крайней мере, 1 ч.

При определении ртути используют раствор золота в HCl, чтобы минимизировать эффекты памяти. Необходимо следить за тем, чтобы конечное содержание HCl в растворах не вызывало осаждения несовместимых с ней элементов, таких как серебро.

При определении низких значений содержания ртути необходимо использовать платиновые конусы.

8.4.4 Настройка прибора

ИСП-МС спектрометр (7.6) настраивают, следуя рекомендациям производителя и в соответствии с методикой, изложенной ранее. Перед началом работы прибор должен прогреться; обычное время прогрева, рекомендуемое изготовителями, составляет 30—60 мин. Во время прогрева рекомендуется вводить холостой градуировочный раствор в плазму.

8.4.5 Анализ

8.4.5.1 Вводят градуировочные растворы в плазму в порядке увеличения их концентрации и измеряют интенсивность излучения для каждого раствора.

8.4.5.2 На компьютере, подсоединенном к прибору, получают градуировочную функцию для определяемых металлов и металлоидов предпочтительно методом линейного регрессионного анализа. Градуировку повторяют, если коэффициент корреляции R^2 хотя бы по одному определяемому металлу или металлоиду составляет менее 0,995.

Если $R^2 < 0{,}995$, то можно удалить ошибочную градуировочную точку, например, с использованием критерия для исключения выпадающего значения и затем повторно обработать данные для получения приемлемой градуировочной функции. Однако должно сохраниться минимально допустимое число градуировочных растворов, установленное в 6.4.2.

8.4.5.3 Вводят холостой раствор и анализируемые растворы пробы (приготовленные в соответствии с ИСО 15202-2) в плазму и измеряют интенсивность излучения для каждого раствора. Для определения массовой концентрации определяемых металлов и металлоидов используют градуировочную функцию.

8.4.5.4 Анализируют холостой градуировочный раствор и градуировочный раствор, значение массовой концентрации которого соответствует середине диапазона измерений, после первичной градуировки и каждый раз после анализа 20 растворов. Если полученное при анализе значение массовой концентрации определяемого металла или металлоида в холостом градуировочном растворе более чем в пять раз превышает предел обнаружения прибора, оцененного в 8.5.1, или более чем на 10 % превышает применяемое предельное значение или минимальный уровень фона, или если значение концентрации определяемого металла или металлоида при проверке градуировки изменилось более чем

на ± 10 %, то проводят любое из приведенных ниже корректирующих действий: используют программное обеспечение спектрометра для введения поправки на изменение чувствительности; или приостанавливают анализ и повторно градуируют спектрометр. В любом случае повторно анализируют растворы, которые были анализированы в период изменения чувствительности, или повторно обрабатывают данные с учетом изменения чувствительности.

8.4.5.5 Анализируют пробы для контроля качества по методике, приведенной в 8.6.2, при минимальной частоте, а именно одна пара на 20 испытуемых проб, и используют результаты для контроля над производительностью аналитической процедуры.

8.4.5.6 Анализируют текущий холостой градуировочный раствор и градуировочный проверочный раствор в конце каждой аналитической серии.

8.4.5.7 Исследуют прецизионность (коэффициент вариации) всех результатов и повторяют любой анализ, если относительное среднее квадратичное отклонение неприемлемо высокое.

8.4.5.8 Если содержание любых определяемых металлов и металлоидов в растворе пробы превышает верхний предел линейного диапазона, то раствор разбавляют с соответствующим коэффициентом разбавления, соблюдая, при необходимости, совпадение матриц, и повторяют анализ (коэффициент разбавления записывают). Также возможно использование другой подходящей аналитической массы.

8.5 Оценка предела обнаружения и количественного определения

8.5.1 Оценка инструментального предела обнаружения

8.5.1.1 Оценивают предел обнаружения спектрометра для каждого определяемого металла или металлоида в условиях проведения анализа и повторяют эти действия при любых изменениях этих условий.

Примечание — Инструментальный предел обнаружения используют для идентификации изменений характеристик прибора, но он не является пределом обнаружения метода. Инструментальный предел обнаружения чаще всего ниже, чем предел обнаружения метода, поскольку в нем учитывают только изменчивость индивидуальных показаний спектрометра при измерениях, выполненных для одного раствора, и не учитывают вклады в изменчивость, обусловленные матрицей или пробой.

8.5.1.2 Готовят анализируемый раствор с массовыми концентрациями определяемых металлов или металлоидов, близкими к их ожидаемым инструментальным пределам обнаружения, путем разбавления рабочего стандартного раствора или исходных стандартных растворов с соответствующим коэффициентом разбавления. Следуют той же процедуре, что и при приготовлении градуировочных растворов.

8.5.1.3 Проводят не менее десяти измерений анализируемого раствора, следующих одно за другим, и определяют инструментальный предел обнаружения для каждого определяемого металла или металлоида, равный утроенному стандартному отклонению среднего значения массовой концентрации аналита в пробе.

Примечание — Альтернативная процедура оценки инструментального предела обнаружения может включать в себя анализ градуировочного холостого раствора, обогащенного определяемыми металлами и металлоидами до массовых концентраций, находящихся в области предполагаемого значения инструментального предела обнаружения [27].

8.5.2 Оценка предела обнаружения и количественного определения метода

8.5.2.1 Оценивают предел обнаружения метода и предел количественного определения для каждого определяемого металла или металлоида в условиях проведения анализа и повторяют эти действия при значительном изменении условий проведения анализа.

8.5.2.2 Приготовляют не менее десяти лабораторных холостых растворов на основе чистых фильтров того же типа, что и фильтры, используемые для отбора проб. Следуют процедуре разбавления пробы, используемой для приготовления растворов анализируемых проб.

8.5.2.3 Проводят измерения анализируемых растворов и для каждого определяемого металла или металлоида определяют предел обнаружения метода, равный утроенному стандартному отклонению среднего значения массовой концентрации аналита в пробе, и предел количественного определения, равный десятикратному стандартному отклонению среднего значения массовой концентрации аналита в пробе.

8.6 Контроль качества

8.6.1 Холостые растворы

В отношении холостых реактивов, холостых лабораторных проб и (если используют) холостых проб выполняют все процедуры подготовки и анализа проб с целью определения возможного внесения

загрязнений в пробы в лаборатории. Готовят и анализируют холостые реактивы минимум по одному на каждые 20 проб или как минимум по одному на серию.

8.6.2 Растворы для контроля качества

8.6.2.1 Для оценки точности метода для серии проб, выраженной через отношение извлеченного количества к истинному значению количества введенного анализируемого элемента, в процентах, выполняют все процедуры подготовки и анализа в отношении проб для контроля качества, таких как холостая среда с введенными анализируемыми элементами.

8.6.2.2 Приготовляют и анализируют пробы для контроля качества как минимум по одной на каждые 20 проб или как минимум по одной для серии.

8.6.2.3 Контролируют эффективность метода путем построения контрольных карт для относительных извлечений, в процентах, проб для контроля качества. Кроме того, чтобы оценить точность метода, строят контрольные карты для относительных разностей между дублирующими пробами для контроля качества, в процентах.

8.6.2.4 Если результаты контроля качества показывают, что характеристики метода выходят за пределы контрольного диапазона, то исследуют возможные причины этого, предпринимают соответствующие корректирующие действия и, при необходимости, повторяют анализ. Общее руководство по применению контрольных карт приведено в [7].

8.6.3 Внутренние стандарты

Ответный сигнал внутреннего стандарта в каждом анализируемом растворе пробы должен быть в пределах допустимого диапазона для градуировочного холостого раствора. Если ответный сигнал выходит за пределы контрольного диапазона, то исследуют возможные причины этого, предпринимают соответствующие корректирующие действия и повторяют анализ.

8.6.4 Внешняя оценка качества

Если лаборатории проводят анализ воздуха рабочей зоны на содержание металлов и металлоидов регулярно, то рекомендуется, чтобы они принимали участие в соответствующих программах внешней оценки качества или проверках квалификации.

Примечание — Информацию о существующих схемах проверки квалификации можно получить, например, в базе данных [28] или в национальном органе по аккредитации.

8.7 Неопределенность измерения

Настоятельно рекомендуется, чтобы лаборатории оценивали и представляли неопределенность своих измерений в соответствии с [3]. Оценка в первую очередь включает в себя построение диаграммы причинно-следственной связи [2] для идентификации отдельных источников случайной и систематической погрешностей метода отбора проб и анализа. Стандартные неопределенности, связанные с этими погрешностями, затем оценивают и/или определяют экспериментальным путем и включают в так называемый бюджет неопределенности. На конечном этапе суммарную неопределенность умножают на соответствующий коэффициент охвата и получают расширенную неопределенность. Обычно рекомендуется использовать коэффициент охвата, равный двум, что соответствует уровню доверительной вероятности вычисленного значения приблизительно 95 %.

Примечание — Примеры применения анализа причинно-следственной связи для аналитических методов описаны в [3] и приведены в [29] и [30].

Хотя методика отбора проб не приведена в описании метода испытаний, методика отбора из ИСО 15202-1 (см. 4.1) посредством прямой ссылки включена в данный метод и неопределенность отбора проб, таким образом, следует учитывать при разработке бюджета неопределенности. Во многих случаях неопределенность отбора проб превышает неопределенность анализа. Руководство по включению неопределенности, связанной с отбором проб, в бюджет неопределенности приведено в [12].

Примечание — Составляющие, которые вносят вклад в случайную изменчивость аналитического метода, обычно учитывают в прецизионности измерений, которую можно оценить по данным контроля качества. При допущении прямоугольного распределения вероятностей погрешность, обусловленная дрейфом прибора, может быть оценена путем деления значения дрейфа, допустимого до повторной градуировки прибора, на $\sqrt{3}$. Систематические погрешности аналитического метода включают, например, погрешности, связанные с аналитическим извлечением, приготовлением стандартных рабочих растворов и разбавлением анализируемых растворов.

9 Представление результатов измерений

9.1 Из измерений анализируемых проб получают отдельные результаты для каждого из определяемых металлов и металлоидов.

9.2 Вычисляют среднюю массовую концентрацию каждого определяемого металла и металлоида в холостых растворах.

9.3 Массовую концентрацию каждого металла или металлоида в воздухе при атмосферных условиях $\rho_М$, мг/м^3, вычисляют по формуле

$$\rho_М = \frac{\rho_{м,1} V_1 f - \rho_{м,0} V_0}{1000 \cdot V}, \quad (1)$$

где $\rho_{М,1}$ — массовая концентрация металла или металлоида в анализируемом растворе пробы, мг/дм^3;

V_1 — объем анализируемого раствора пробы, см^3;

f — используемый коэффициент разбавления (f = 1 при отсутствии разбавления);

$\rho_{М,0}$ — средняя массовая концентрация металла или металлоида в холостом растворе, мг/дм^3;

V_0 — объем холостого раствора, см^3;

V — объем уловленной пробы воздуха, дм^3.

9.4 При необходимости приведения массовой концентрации металлов и металлоидов, содержащихся в воздухе, к стандартным условиям (см. ИСО 15202-1) вычисляют средние значения температуры и атмосферного давления путем усреднения результатов измерений, полученных в начале и конце периода отбора проб, и по формуле (С.1) вводят поправку на температуру и давление в значения массовой концентрации металлов и металлоидов в воздухе, вычисленные в соответствии с 9.3.

10 Эффективность метода

10.1 Предел обнаружения и количественного определения метода

Предел обнаружения и количественного определения метода зависят от ряда факторов, включая матрицу пробы (а так же среду отбора проб), методики приготовления пробы, выбранной аналитической массы, используемого спектрометра и его рабочих характеристик, а также изменчивости холостой пробы. Предел обнаружения и количественного определения метода, приведенные в таблице 4, были оценены путем приготовления холостых растворов на основе мембранных фильтров из смешанных эфиров целлюлозы с последующим анализом ИСП-МС(см. [31], [32] и [33]). Значения предела обнаружения и количественного определения метода приведены в качестве примера в таблице 4.

Таблица 4 — Значения предела обнаружения и количественного определения метода [31], [32], [33]

Элемент*	Изотоп	Предел обнаружения метода, мг/дм^3	Предел количественного обнаружения, мг/дм^3	Ссылочная литература**
Al	27	0,23	0,77	[31]
As	75	0,069 0,38 0,0074	0,23 1,27 0,16	[31] [32] [33]
Be	9	0,0076 0,05	0,025	[31] [32]
Cd	111 114	0,024 0,00072	0,078 0,0063	[31] [33]
Co	59	0,017 0,00041	0,057 0,0030	[31] [33]
Cr	52	0,17	0,55	[31]
Cu	63	0,24 0,0044	0,79 0,14	[31] [33]
Mg	24	0,28	0,93	[31]

Окончание таблицы 4

Элемент*	Изотоп	Предел обнаружения метода, мг/дм^3	Предел количественного обнаружения, мг/дм^3	Ссылочная литература**
Mn	55	0,023	0,076	[31]
Ni	60	0,0034	0,12	[31]
Pb	208	0,025 0,0024	0,083 0,014	[31] [33]
U	238	0,046	0,15	[32]
V	51	0,024	0,079	[31]
Zn	66	0,48	1,6	[31]

* Данные не доступны для: Ag, B, Ba, Bi, Ca, Cs, Fe, Ga, Ge, Hf, Hg, In, K, Li, Mo, Na, Nb, P, Pt, Rh, Sb, Se, Sn, Te, Tl, W, Y и Zr.

** В [31] использовалось микроволновое растворение, и матрица пробы содержала 4 %-ную азотную кислоту. В [32] использовалось нагревание с азотной и соляной кислотами. В [33] использовалось микроволновое растворение в открытом сосуде, и матрица пробы содержала 4 %-ную азотную кислоту и 1 %-ную соляную кислоту.

10.2 Верхний предел рабочего диапазона измерений

Верхний предел диапазона измерений определяется линейным участком динамического диапазона спектрометра при условиях проведения анализа, установленных в 8.2.

10.3 Смещение и прецизионность

10.3.1 Смещение для аналитической процедуры

Методики растворения проб, приведенные в ИСО 15202-2, считаются высокоэффективными для большинства целей измерений, т. е. ожидается, что смещение аналитического метода незначительно. Однако эти методики эффективны не во всех случаях [34]. Такие факторы, как матричные эффекты и особый метод растворения пробы, влияют на аналитические показатели качества, полученные для метода в целом.

Среднее аналитическое извлечение для методик выполнения измерений содержания металлов и металлоидов в частицах твердого аэрозоля должно быть не менее 90 % в соответствии с [12]. Следовательно, если есть сомнение, удовлетворяет ли выбранная методика растворения пробы этому требованию при конкретном применении, то в соответствии с ИСО 15202-2 необходимо определить эффективность методики и, если аналитическое извлечение составит менее 90 %, рассмотреть возможность применения другой методики растворения пробы. По этой причине ожидается, что аналитическое смещение аналитической процедуры никогда не превысит 10 %.

10.3.2 Прецизионность для аналитической процедуры

Составляющая коэффициента вариации (C_V) метода, обусловленная аналитической изменчивостью $C_{V(analysis)}$ зависит от ряда факторов, таких как выбранная аналитическая масса, используемая для анализа аппаратура и рабочие характеристики спектрометра.

10.4 Неопределенность измерения

Для оценки неопределенности были проведены лабораторные эксперименты [35] в соответствии с настоящим стандартом и [5]. Эти эксперименты продемонстрировали, что методика выполнения измерений соответствует общим требованиям, установленным в [9], в части расширенной неопределенности измерений, проводимых для сопоставления с предельно допустимыми значениями (см. следующий абзац). В ходе этих экспериментов рассматривали только некоторые металлы и металлоиды, а именно 21 (см. примечание), и сами эксперименты были ограничены оценкой эффективности аналитического метода. При измерениях, проведенных в целях сопоставления результатов измерений с предельно допустимыми значениями [15], усредненными за 8 ч, было подтверждено, что методика соответствует требованиям [9] для всех выбранных металлов и металлоидов, за исключением марганца, серебра и урана. Данные экспериментов, включая среднее значение, среднее квадратичное отклонение, повторяемость и воспроизводимость, были вычислены в соответствии с [6].

Европейский комитет по стандартизации CEN[1)] установил общие требования к эффективности методик выполнения измерений химических веществ в воздухе рабочей зоны [9]. Допустимые пределы для расширенной неопределенности были установлены для ряда измерительных задач, и их следует рассматривать как руководство для целей настоящего стандарта. Требования комитета менее строгие для проведения скриннинговых измерений, чем для измерений в целях сопоставления с предельно допустимыми значениями; они также менее строгие для измерений в целях сопоставления с предельно допустимыми значениями в диапазоне от 0,1 до 0,5 предельно допустимого уровня воздействия (расширенная неопределенность менее 50 %), чем для измерений в диапазоне от 0,5 до 2,0 предельно допустимого уровня воздействия (расширенная неопределенность менее 30 %).

Примечание — Металлы и металлоиды, выбранные для изучения характеристики метода: Ag, Al, As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Sn, U, V, Zn.

11 Протокол испытаний

11.1 Запись результатов измерений

Во время проведения испытаний следует вести подробный отчет, содержащий, по крайней мере, следующую информацию:

a) заявление о конфиденциальности полученной информации, при необходимости;

b) полную идентификацию пробы воздуха, в том числе дату и место отбора, тип пробы (индивидуальная или стационарная); инициалы и фамилию работника, в зоне дыхания которого проводили отбор проб (или другая идентификация личности), или место, в котором отбирали пробы воздуха (в случае стационарного отбора проб); краткое описание производственной деятельности, осуществляемой во время отбора проб; уникальный идентификационный код пробы;

c) ссылку на настоящий стандарт;

d) марку и тип используемого пробоотборника;

e) марку, тип и диаметр используемого фильтра;

f) марку и тип используемого насоса, его идентификационные данные;

g) марку и тип используемого расходомера; рабочий эталон; диапазон значений расхода, в котором проверяли градуировку расходомера; значения атмосферного давления и температуры окружающей среды, при необходимости;

h) время начала и окончания периода отбора проб, продолжительность отбора проб, мин;

i) средний расход во время отбора проб, $дм^3$/мин;

j) средние значения температуры окружающей среды и атмосферного давления во время отбора проб, при необходимости

k) объем отобранного воздуха при окружающих условиях, в $дм^3$;

l) инициалы и фамилию лаборанта, проводившего отбор проб;

m) средневзвешенное по времени значение массовой концентрации каждого металла и металлоида в пробе воздуха при температуре окружающей среды и атмосферном давлении или давлении, приведенном к стандартным условиям, $см^3/м^3$;

n) описание используемой методики растворения пробы;

o) аналитические величины, используемые для вычисления результата измерения, включая концентрации каждого металла и металлоида в холостом растворе и анализируемом растворе пробы, объемы холостого раствора и анализируемого раствора пробы, коэффициент разбавления, при необходимости;

p) тип(ы) устройств, используемых для подготовки и анализа проб, с указанием уникальных идентификационных данных;

q) оцененные пределы обнаружения спектрометра и метода, пределы количественного определения в рабочих условиях; неопределенность измерений в соответствии с [3]; и данные по контролю качества результатов измерений, по запросу заказчика;

r) описание любых действий, не установленных настоящим стандартом, или рассматриваемых как дополнительные;

s) инициалы и фамилию или другую идентификацию личности лаборанта(ов);

t) дату проведения анализа;

[1)] CEN — от фр. Comité Européen de Normalisation (англ. — European Committee for Standardization). *Прим. ТК 457 «Качество воздуха».*

u) описание любых случайных отклонений, особых обстоятельств или другую полезную информацию.

11.2 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать в себя всю информацию запрашиваемую заказчиком, органами власти и аккредитующими организациями. Он должен включать в себя, по крайней мере, следующую информацию:

a) всю информацию о получении, обработке и хранении пробы;
b) результаты анализа пробы;
c) применяемый контроль качества или данные контроля качества;
d) идентификационные данные лаборатории и аналитика(ов);
e) информацию об используемой методике отбора проб;
f) информацию об используемом приборе и оборудовании;
g) любую другую информацию.

Приложение А
(справочное)

Принципы работы ИСП-МС и возникающие мешающие влияния

А.1 Описание принципа работы ИСП-МС

В настоящем стандарте приведено описание многоэлементного определения микроэлементов в воздухе рабочей зоны методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой (ИСП-МС). Материал пробы в растворе подается в пневматический распылитель, далее впрыскивается в радиочастотную плазму, где в процессе переноса энергии происходит десольвация, диссоциация на атомы и ионизация. Ионы извлекаются из плазмы с помощью интерфейса дифференциального вакуумного насоса и разделяются исходя из отношения их массы к заряду квадрупольным масс-спектрометром. Ионы, проходящие через квадруполь, детектируются дискретным диодным электронным умножителем, и информация об ионе обрабатывается системой обработки данных. Мешающие влияния, связанные с техникой, должны быть обнаружены и скорректированы. Такая корректировка должна включать компенсацию для изобарного элементного мешающего влияния и мешающего влияния многоатомных ионов, полученных из плазмы, а также реагентов или матрицы пробы. Инструментальный дрейф так же, как подавление или улучшение характеристик прибора, вызванные матрицей пробы, должны быть скорректированы при внутренней поверке.

А.2 Реакционная ячейка столкновений

В настоящее время большая часть производимых приборов ИСП-МС содержит реакционную ячейку столкновений. Она обычно содержит устройства передачи, которые вызывают столкновение и диссоциацию многоатомных ионов таким образом, чтобы они исключались как мешающие влияния с помощью подавления кинетической энергии. Система также может использовать один или более видов химических реакций, протекающие с или без подавления кинетической энергии, для дальнейшего устранения мешающих ионов.

А.3 Мешающие влияния

В случаях, когда использование реакционных ячеек столкновений не доступно, несколько видов мешающих влияний в совокупности могут привести к неточностям при определении микроэлементов. Впоследствии могут возникнуть следующие мешающие влияния.

А.3.1 Изобарическое мешающее влияние элементов

Изобарическое мешающее влияние элементов вызвано изотопами различных элементов, формирующих одно- или двухзарядные ионы, с одинаковым номинальным значением отношения массы к заряду, которые не могут быть разделены вследствие недостаточной разрешающей способности используемого прибора. Все элементы, определяемые этим методом, имеют, как минимум, один изотоп, не подверженный изобарическому мешающему влиянию. Из аналитических изотопов, рекомендуемых для использования с этим стандартным методом (см. таблицу 2), только селен-82 (криптон) имеет изобарические элементные мешающие влияния. В случае, когда для достижения большей чувствительности используют альтернативные аналитические изотопы, имеющие большую распространенность, может проявляться изобарическое мешающее влияние элементов. Все данные, полученные в таких условиях, должны быть откорректированы путем измерения сигнала от другого изотопа мешающего элемента и вычитания соответствующего отношения сигналов из значения сигнала искомого изотопа. Необходимые корректировки должны быть задокументированы и включены в протокол данных. Следует отметить, что такие корректировки точны настолько, насколько точно изотопное отношение, используемое в элементарном уравнении для расчетов данных. Соответствующие изотопные отношения и инструментальные коэффициенты смещения должны быть установлены до применения любых корректировок.

А.3.2 Изотопная чувствительность

Изотопная чувствительность является характеристикой, определяющей степень, до которой интенсивность пика определенной массы вносит вклад в соседние пики масс. На нее влияют энергия ионов и квадрупольное рабочее давление. Мешающие влияния могут возникнуть вследствие перекрытия пиков, когда слабый пик измеряют в непосредственной близости с более сильным пиком. Вероятность таких мешающих влияний должна быть определена и разрешение прибора должно быть скорректировано для ее минимизации.

А.3.3 Изобарическое мешающее влияние многоатомных ионов

Изобарическое мешающее влияние многоатомных ионов вызваны ионами, состоящими более чем из одного атома с одинаковыми номинальными значениями отношения массы к заряду, которые не могут быть разделены вследствие недостаточной разрешающей способности используемого прибора. Такие ионы обычно формируются в плазме или системе интерфейса из вспомогательного газа или компонентов пробы. Большая часть таких мешающих влияний была определена [14], и эти данные приведены в таблице А.1 вместе с влияющими на метод массами

элементов. Мешающее влияние необходимо выявить и в случаях, когда его невозможно избежать путем выбора альтернативного изотопа, следует внести соответствующие поправки в полученные данные. Уравнения для корректировки данных должны быть установлены во время последовательной аналитической серии, поскольку мешающие влияния, возникающие из-за многоатомных ионов, высоко зависят от матрицы пробы и выбранных характеристик прибора.

А.3.4 Физическое мешающее влияние

Физическое мешающее влияние связано с физическими процессами, которые управляют переносом пробы в плазму, процессом перевода пробы в плазму и прохождением ионов через интерфейс плазменного масс-спектрометра. Это влияние может проявляться как разница между откликом прибора от пробы и градуировочных растворов. Физические мешающие влияния могут возникать при переносе раствора в распылитель (например, из-за вязкости), в точке формирования аэрозоля и его транспортирования в плазму (например, поверхностное натяжение) или во время процессов возбуждения и ионизации в самой плазме. Высокие концентрации растворенных солей в пробе приводят к образованию отложения на стенках пробоотборного конуса и/или конуса скиммера, тем самым снижая эффективный диаметр сопла и, как следствие, передачу ионов. Для снижения таких мешающих влияний рекомендуемое значение концентрации растворенных солей не должно превышать 0,2 %. Для компенсации множества физических мешающих влияний проводят дополнительные проверки. Внутренние стандарты должны иметь аналитическое поведение, подобное поведению определяемых элементов.

А.3.5 Влияние эффекта памяти

Эффекты памяти возникают при наложении сигналов от изотопов элементов предыдущей пробы на новое измерение. Они проявляются вследствие образования осаждений на стенках пробоотборного конуса и конуса скиммера, и от нарастания материала пробы в плазменной горелке и распылительной камере. Локализация этого влияния зависит от элементов, и оно может быть минимизировано промыванием системы холостым реактивом между измерениями. Вероятность возникновения эффекта памяти должна быть установлена во время последовательной аналитической серии и для ее уменьшения должен быть выбран соответствующий интервал промывок системы. Время промывки, необходимое для определенного элемента, должно быть оценено перед проведением анализа. Это может быть достигнуто путем пропускания стандартного раствора, содержащего соответствующие элементы, в течение периода, десятикратно превышающего значение верхнего предела линейного диапазона нормального периода анализа пробы, с последующим анализом холостой промывной пробы через заданные интервалы. Должен быть отмечен отрезок времени, требуемый для снижения сигналов вещества, определяемого при анализе, в пределах значения десятикратного предела обнаружения метода. Эффект памяти может также быть оценен в пределах аналитической серии при применении минимум трех интегрирований для сбора данных. Если интегрированное значение сигнала последовательно уменьшается, то аналитику следует учесть вероятность проявления эффекта памяти и проверить содержание аналита в предыдущей пробе, чтобы определить степень вероятности. Если существуют предпосылки для проявления эффекта памяти, то проба должна быть повторно проанализирована после длительной промывки.

Таблица А.1 — Основные мешающие влияния молекулярных ионов [14]

Элемент	Изотоп	Двухзарядные ионы, оказывающие межэлементное мешающее влияние*	Многоатомные ионы, оказывающие мешающее влияние
Ag	^{107}Ag	—	$^{91}Zr^{16}O$, $^{90}Zr^{16}OH$
	^{109}Ag	—	$^{93}Nb^{16}O$, $^{92}Zr^{16}OH$
As	^{75}As	—	$^{40}Ar^{35}Cl$, $^{40}Ca^{35}Cl$, $^{59}Co^{16}O$
B	^{11}B	—	^{10}BH
Ca	^{43}Ca	—	$^{13}C^{14}N^{16}O$
	^{44}Ca	—	$^{12}C^{16}O^{16}O$
Cd	^{114}Cd	—	$^{95}Mo^{16}O$, $^{94}Mo^{16}OH$, $^{94}Zr^{16}OH$
	^{111}Cd	$^{114}Sn^{+}$	$^{98}Mo^{16}O$, $^{97}Mo^{16}OH$
Co	^{59}Co	—	$^{43}Ca^{16}O$, $^{42}Ca^{16}OH$, $^{24}Mg^{35}Cl$
Cr	^{52}Cr	—	$^{36}Ar^{16}O$, $^{40}Ar^{12}C$, $^{35}Cl^{16}OH$
	^{53}Cr	—	$^{37}Cl^{16}O$, $^{36}Ar^{16}OH$
Cu	^{63}Cu	—	$^{40}Ar^{23}Na$, $^{31}P^{16}O^{16}O$, $^{26}Mg^{37}Cl$
	^{65}Cu	—	$^{32}S^{16}O^{16}OH$

Окончание таблицы А.1

Элемент	Изотоп	Двухзарядные ионы, оказывающие межэлементное мешающее влияние*	Многоатомные ионы, оказывающие мешающее влияние
Eu	^{151}Eu	—	$^{135}Ba^{16}O$
	^{153}Eu	—	$^{137}Ba^{16}O$
Ga	^{69}Ga	$^{138}Ba^{++}$	$^{53}Cr^{16}O$, $^{38}Ar^{31}P$, $^{35}Cl^{16}O^{16}O$
Ge	^{74}Ge	$^{74}Se^{+}$	$^{40}Ar^{34}S$, $^{37}Cl^{37}Cl$
In	^{115}In	$^{115}Sn^{+}$	—
Ir	^{193}Ir	—	$^{177}Hf^{16}O$
Mg	^{24}Mg	—	$^{12}C^{12}C$
	25Mg	—	$^{12}C^{13}C$
Mn	^{55}Mn	—	$^{23}Na^{32}S$, $^{38}Ar^{16}OH$, $^{40}Ar^{14}NH$
Mo	^{98}Mo	$^{98}Ru^{+}$	—
Ni	^{58}Ni	$^{58}Fe^{+}$	$^{42}Ca^{16}O$, $^{44}Ca^{14}N$, $^{23}Na^{35}Cl$, $^{26}Mg^{32}S$
	^{60}Ni	—	$^{44}Ca^{16}O$, $^{43}Ca^{16}OH$, $^{26}Mg^{37}Cl$, $^{23}Na^{37}Cl$
Pd	^{108}Pd	$^{108}Cd^{+}$	$^{92}Mo^{16}O$, $^{92}Zr^{16}O$
Pt	^{195}Pt	—	$^{179}Hf^{16}O$
Re	^{187}Re	$^{187}Os^{+}$	—
Ru	^{102}Ru	$^{102}Pd^{+}$	—
Sb	^{123}Sb	$^{123}Te^{+}$	—
Sc	^{45}Sc	—	$^{13}C^{16}O^{16}O$, $^{12}C^{16}O^{16}OH$
Se	^{77}Se	—	$^{40}Ca^{37}Cl$, $^{42}Ca^{35}Cl$, $^{40}Ar^{37}Cl$, $^{38}Ar^{38}ArH$
	^{78}Se	—	$^{38}Ar^{40}Ar$, $^{43}Ca^{35}Cl$
	^{82}Se	$^{82}Kr^{+}$	—
V	^{51}V	—	$^{35}Cl^{16}O$, $^{34}S^{16}OH$, $^{37}Cl^{14}N$, $^{36}Ar^{14}NH$
Zn	^{64}Zn	$^{64}Ni^{+}$	$^{27}Al^{37}Cl$, $^{32}S^{32}S$, $^{32}S^{16}O^{16}O$, $^{48}Ca^{16}O$
	^{66}Zn	—	$^{31}P^{35}Cl$, $^{32}S^{34}S$, $^{54}Fe^{12}C$, $^{34}S^{16}O^{16}O$
	^{68}Zn	$^{136}Ba^{++}$	$^{54}Fe^{14}N$, $^{31}P^{37}Cl$, $^{56}Fe^{12}C$, $^{34}S^{34}S$, $^{40}Ar^{14}N^{14}N$, $^{34}S^{16}O^{16}O$

* При высоких значениях массовой концентрации определяемых элементов мешающие влияния могут быть вызваны образованием других многоатомных ионов или двухзарядных ионов, которые не приведены в настоящей таблице.

Приложение В
(справочное)

Руководство по техническому обслуживанию спектрометра с индуктивно связанной плазмой

В.1 Договор на техническое обслуживание

Рекомендуется заключить договор на техническое обслуживание по следующим причинам.

a) техническое обслуживание и градуировка некоторых компонентов спектрометров могут не входить в область компетентности лаборатории;

b) модернизация оборудования и программного обеспечения, и аппаратных средств часто включена в комплекс услуг по техническому обслуживанию;

c) зачастую получить запасные части и детали можно только непосредственно от изготовителя;

d) некоторые системы аккредитации требуют, чтобы пользователи имели договор на техническое обслуживание.

При заключении договора рекомендуется проверить уровень предлагаемых услуг, время отклика, степень опытности и знаний специалистов, а также период времени, в течение которого изготовитель будет проводить техническое обслуживание прибора и предоставлять запасные части и детали.

В.2 Внутренний контроль

В.2.1 Журнал оперативного контроля

Рекомендуется вести журнал оперативного контроля спектрометра и вносить в него следующую информацию:

- подробную информацию из договора на техническое обслуживание с указанием контактных данных;
- отчеты о проведении технического обслуживания;
- данные об использовании спектрометра (кто и в течение какого периода времени его использовал);
- подробную информацию о неисправностях и замене запасных частей и деталей самим пользователем.

В.2.2 Общий технический контроль

Рекомендуется при проведении технического контроля следовать инструкциям руководства по эксплуатации. Невыполнение требований руководства по эксплуатации может привести к тому, что договор на техническое обслуживание будет недействителен.

Следует периодически проводить проверки:

- воздушных фильтров: Проверяют засорения фильтра. Вынимают, промывают и высушивают или заменяют при закупорке.
- системы охлаждения: Проверяют фильтр. Проверяют плотность соединений. Проверяют уровни воды, антифриза и фунгицида. Проверяют на предмет следов коррозии области металлических соединений. Подробная информация приведена в руководстве по эксплуатации.
- газопроводов: Проверяют плотность соединений, на предмет утечек и перекручивания; проверяют эффективность внутренних фильтров и маслоуловителей, также проверяют давление на входах. Подробная информация приведена в руководстве по эксплуатации.
- системы сброса избытка газа: Проверяют плотность соединений, на предмет перекручивания и утечек. Проверяют эффективность системы вентиляции. При необходимости консультируются с экспертом по системам вентиляции. Подробная информация приведена в руководстве по эксплуатации.

В.2.3 Обслуживание прибора

Следует проводить проверки оборудования:

- трубок перистальтического насоса: Проверяют трубки перед использованием на выявление вмятин и повреждений. При введении в эксплуатацию новых трубок требуется период приработки. Используют только трубки, изготовленные из подходящих химически стойких материалов. Во время эксплуатации проверки могут быть выполнены объемным методом с использованием измерительного цилиндра и секундомера.
- других соединительных трубок: Проводят периодический осмотр соединений на выявление засорений и отложений, также проверяют на предмет перекручивания и сошлифования трубок, если

	они подсоединены к автоматическому устройству отбора проб, связанному с механической рукой-манипулятором.
- распылителя:	Проводят периодические осмотры на выявление засорения и проверяют кольцевые уплотнения и соединения между распылителем и распылительной камерой.
- распылительной камеры:	Периодически осматривают распылительную камеру с целью убедиться в том, что она является чистой, а сливы эффективно удаляются. Проверяют герметичность и соединения между распылительной камерой и горелкой.
- дренажной системы:	Периодически проверяют уровень жидкости в контейнере для отходов и обеспечивают плавный сток жидких отходов из распылительной камеры в слив. Проверяют сливные трубки на предмет обнаружения признаков скручивания и отложений.
- контейнера для отходов:	Периодически осматривают контейнер для отходов и не допускают его переполнения.
- автоматического пробоотборника и других устройств для ввода проб:	Периодически проверяют компоненты и соединения со спектрометром; следуют инструкциям руководства по эксплуатации.
- горелки:	Периодически проверяют горелку и ее юстировку. Проверяют положение инжектора, также проверяют его на наличие отложений и осадков. Проверяют корпус горелки на предмет следов коррозии, а также на предмет накопления осадков. Проверяют кольцевые уплотнения на предмет утечек. При необходимости очистки и (или) замены инжектора или горелки следуют инструкциям руководства по эксплуатации.
- корпуса горелки:	Периодически проверяют на выявление следов коррозии или утечек.
- РЧ генератора:	Периодически проверяют генератор и компоненты системы генерирования плазмы на выявление следов коррозии. Для проведения специальных проверок может потребоваться вызов инженера по техническому обслуживанию.
- компьютера:	Периодически выполняют резервное копирование файлов с данными, удаляют лишние файлы и проверяют сетевые подключения.
- вакуумного насоса:	Следуют инструкциям руководства по эксплуатации при замене масла (за исключением насосов, которые не используют масло) и применяемого фильтра.
- пробоотборного конуса и конуса скиммера:	Периодически осматривают конусы и очищают или заменяют их при наличии во входном отверстии следов отложения, изменения цвета или искажения. Следуют инструкциям руководства по эксплуатации при проведении требуемой очистки или замены.

Приложение С
(справочное)

Приведение результатов измерений массовой концентрации металлов и металлоидов в воздухе к стандартным условиям

При необходимости (см. ИСО 15202-1) массовую концентрацию металла или металлоида в пробе воздуха, приведенную к стандартным условиям (например, температуре 293 К и давлению 101,3 кПа) $\rho_{M,corr}$, в мг/м^3, вычисляют по формуле

$$\rho_{M,corr} = \rho_M \cdot \frac{(101{,}3 \cdot T_2)}{(p_2 \cdot 293)} \qquad (C.1)$$

где $\rho_{M,corr}$ — скорректированная концентрация металла или металлоида в пробе воздуха при стандартных условиях, мг/м^3;

ρ_M — массовая концентрация металла или металлоида в пробе воздуха при окружающих условиях, мг/м^3;

T_2 — средняя температура во время отбора проб, К;

p_2 — среднее атмосферное давление во время отбора проб, кПа;

293 — стандартная температура, К;

101,3 — стандартное атмосферное давление, кПа.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ISO 1042	—	*
ISO 3585	—	*
ISO 8655-1	—	*
ISO 8655-2	—	*
ISO 8655-5	—	*
ISO 15202-1	IDT	ГОСТ Р ИСО 15202-1—2014 «Воздух рабочей зоны. Определение содержания металлов и металлоидов в твердых частицах аэрозоля методом атомной эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. Часть 1. Отбор проб»
ISO 15202-2	IDT	ГОСТ Р ИСО 15202-2—2008 «Воздух рабочей зоны. Определение металлов и металлоидов в твердых частицах аэрозоля методом атомной эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой. Часть 2. Подготовка проб»

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандартов:

- IDT — идентичные стандарты.

Библиография

[1] ISO 3534-2:2006, Statistics. Vocabulary and symbols. Part 2. Applied statistics

[2] ISO 9004, Managing for the sustained success of an organization. A quality management approach

[3] ISO/IEC Guide 98-3:2008, Uncertainty of measurement. Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)

[4] ISO/IEC Guide 99:2007, International vocabulary of metrology. Basic and general concepts and associated terms (VIM)

[5] ASTM D7439, Standard test method for determination of elements in airborne particulate matter by inductively coupled plasma-mass spectrometry

[6] ASTM E691, Standard practice for conducting an interlaboratory study to determine the precision of a test method

[7] ASTM E882, Standard guide for accountability and quality control in the chemical analysis laboratory

[8] ASTM E1370, Standard guide for air sampling strategies for worker and workplace protection

[9] EN 482, Workplace atmospheres. General requirements for the performance of procedures for the measurement of chemical agents

[10] EN 689, Workplace atmospheres. Guidance for the assessment of exposure by inhalation to chemical agents for comparison with limit values and measurement strategy

[11] EN 1540, Workplace atmospheres. Terminology

[12] EN 13890, Workplace atmospheres. Procedures for measuring metals and metalloids in airborne particles — Requirements and test methods

[13] EN 14902:2005, Ambient air quality. Standard method for the measurement of Pb, Cd, As and Ni in the PM10 fraction of suspended particulate matter

[14] ISO 17294-2, Water quality. Application of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) — Part 2: Determination of 62 elements

[15] ACGIH. Threshold limit values for chemical substances and physical agents; biological exposure indices, Cincinnati, OH: American Conference of Government Industrial Hygienists, updated annually. Available (2010-06-03) from gost.e-ecolog.ru

[16] EUROPEAN COMMISSION. Council Directive 98/24/EC of 7 April 1998 on the protection of the health and safety of workers from the risks related to chemical agents at work (fourteenth individual Directive within the meaning of Article 16(1) of Directive 89/391/EEC). Off. J. Eur. Commun. 1998, L131, pp. 11—23. Available (2009-12-15) at gost.e-ecolog.ru :1998:131:0011:0023: EN:PDF

[17] EUROPEAN COMMISSION. Commission Directive 2006/15/EC of 7 February 2006 establishing a second list of indicative occupational exposure limit values in implementation of Council Directive 98/24/EC and amending Directives 91/322/EEC and 2000/39/EC. Off. J. Eur. Commun. 2006, L38, pp. 36—39. Available (2009-12-15)

[18] OFFICE OF SUPERFUND REMEDIATION AND TECHNOLOGY INNOVATION (OSRTI). USEPA contract laboratory program national functional guidelines for inorganic data review. Washington, DC: United States Environmental Protection Agency, 2004. 143 p. (Document Number EPA 540-R-04-004.) Available (2010-06-03) at gost.e-ecolog.ru

[19] TANNER, S.D., BARANOV, V.I., BANDURA, D.R. Reaction cells and collision cells for ICP-MS: A tutorial review. Spectrochim. Acta B 2002, 57, pp. 1361—1452

[20] BOYD, R.K., BOTT, P.A., BEER, B.R., HARVAN, D.J., HAAS, J.R. Computer-based mass measurement of fragment ion spectra from tandem magnetic sector mass spectrometers with an electrically floated collision cell. Anal. Chem.1987, 59, pp. 189—193

[21] HOLLAND, G., BANDURA, D.R., editors. Plasma source mass spectrometry: Current trends and future developments. Cambridge, UK. Royal Society of Chemistry, 2005. 356 p.

[22] PERKIN-ELMER LIFE AND ANALYTICAL SCIENCES. Guide to inorganic analysis. Shelton, CT: PerkinElmer. 16 p. Available (2010-06-02) at: gost.e-ecolog.ru (perkinelmer)_ guide_to_inorganic_analysis_in_aa_icp_oes_and_icp_ms.pdf

[23] WANG, X.D. Typical detection limits for the Varian 820-MS., Palo Alto, CA: Varian Inc. 2 p. (ICP-MS Application Note No. 33.) Available (2010-06-02) at gost.e-ecolog.ru

[24] THERMO SCIENTIFIC. US EPA SW-846 Method 6020A using the XSERIES 2 ICP-MS. Waltham, MA: Thermo Scientific, 2007. 9 p. (Application Note 40619.) Available (2010-06-03) at http://gost.e-ecolog.ru .pdf

[25] AGILENT TECHNOLOGIES. Performance characteristics of the Agilent 7500cx. Bellevue, WA: Agilent Technologies, 2007. (Application Note.)

[26] MONTASER, A., GOLIGHTLY, D.W. editors. Inductively coupled plasmas in analytical atomic spectrometry. Weinheim: VCH, 1992, pp. 568—569

[27] POUSSEL, E., MERMET, J.M., SAMUEL, O. Simple experiments for the control, evaluation and the diagnosis of inductively coupled plasma sequential systems. Spectrochim. Acta B 1993, 48, pp. 743—55

[28] BAM. Database EPTIS (European Information System on Proficiency Testing Schemes). Berlin: Federal Ministry of Economics and Technology (BMWi), Federal Institute for Materials Research and Testing (BAM). Available (2010-06-04) at: gost.e-ecolog.ru

[29] ELLISON, S.L.R., BARWICK, V.J. Estimating measurement uncertainty: Reconciliation using a cause and effect approach. Accred. Qual. Assur. 1998, 3, pp. 101—105

[30] ELLISON, S.L.R. Using validation data for ISO measurement uncertainty estimation: Part 1 — Principles of an approach using cause and effect analysis. Analyst 1998, 123, pp. 1387-1392

[31] Unpublished data, Albuquerque, NM: Sandia National Laboratory, 2006

[32] Unpublished data, Richland, WA: Fluor Hanford, 2006

[33] OSHA. Sampling and Analytical Methods: Method 1006 Arsenic, Cadmium, Cobalt, Copper, Lead, and Nickel. Occupational Safety and Health Administration, Sandy, UT, USA (updated periodically). Available (2010-06-04) at gost.e-ecolog.ru /sltc/methods/mdt/mdt1006/1006.html

[34] LIPPMAN, M. Sampling aerosols by filtration. In: Air sampling instruments, 7th edition. Cincinnati, OH: ACGIH, 1989

[35] ASTM International, Interlaboratory Study to Establish Precision Statements for ASTM D7439—08: Standard Test Method for Determination of Elements in Airborne Particulate Matter by Inductively Coupled Plasma—Mass Spectrometry. Research report1). ASTM International, West Conshohocken, PA, USA

УДК 504.3:006.354 ОКС 13.040.30 Т58

Ключевые слова: воздух рабочей зоны, металлы, металлоиды, твердые частицы, аэрозоль, масс-спектрометрия, индуктивно-связанная плазма

БЗ 10—2017/161

Редактор *В.Н. Шмелькова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *А.Н. Золотаревой*

Сдано в набор 15.09.2017. Подписано в печать 04.10.2017. Формат 60 × 84 1/8. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 4,18. Уч.-изд. л. 3,76. Тираж 23 экз. Зак. 1717.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123001 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru