УТВЕРЖДАЮ
Первый заместитель генерального
директора по науке и производству
ФГУП РНЦ "Прикладная химия"

Н.Г. Зубрицкая

«23» декабря 2013 г.

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МЕТАЛЛОВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ И В ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫМ МЕТОДОМ.

М 02-505-92-2002

Начальник лаборатории

М. Д. Рейнгеверц

«23» декабря 2013 г.

Санкт-Петербург
2013 г.

gost.e-ecolog.ru

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений массовой концентрации аэрозолей следующих металлов и их соединений: Al, Ba, Be, V, Bi, W, Fe, Ca, Cd, K, Co, Si, Mg, Mn, Cu, Mo, As, Na, Ni, Sn, Hg, Pb, Se, Sb, Ti, Cr, Zn в воздухе рабочей зоны и выбросах в атмосферу промышленных предприятий.

Диапазоны измерений массовой концентрации определяемых металлов (элементов) приведены в табл. 1 и 2. В табл. 1 представлены также пределы обнаружения элементов, вычисленные по утроенному стандартному отклонению десяти измерений, проведенных с чистыми фильтрами.

Таблица 1

Воздух рабочей зоны. Диапазоны измерений массовой концентрации элементов и пределы обнаружения.

N n/n	Элемент	Диапазон измерений массовой концентрации элемента, мг/м^3	Предел обнаружения элемента, мг/м^3	ПДК по ГОСТ 12.1.005-88 (мг/м^3), соединение
1	2	3	4	5
1	Al	0.07-350	0.05	2 - алюминий и его сплавы
2	Ba	0.043-85	0.02	0.1 - бария гидроксид +
3	Be	0.0009-0.9	0.0003	0.001 - бериллий и его соединения
4	V	0.030-85	0.015	0.1 - оксид ванадия (5)
5	Bi	0.10-200	0.06	0.5 - висмут и его неорганические соединения
6	W	1.3-1000	0.8	6 - вольфрам
7	Fe	0.010-20	0.005	6 - железа оксид (III)
8	Cd	0.0025-5	0.0015	0.01 - кадмий и его неорганические соединения
9	Ca	0.05-100	0.03	-
10	K	0.025-20	0.02	1 - ксантогенат калия изопропиловый+
11	Co	0.03-70	0.02	0.5 - кобальт металлический
12	Si	0.17-330	0.14	1 - SiO_2 кристаллический
13	Mg	0.2-400	0.1	5 - магния хлорат
14	Mn	0.007-13	0.003	0.05 - марганца оксиды в пересчете на MnO_2
15	Cu	0.15-30	0.025	0.5 - медь
16	Mo	0.10-20	0.05	0.5 - молибден
17	As	0.010-80	0.002	0.01 - неорганические соединения мышьяка (в пересчете на мышьяк)
18	Na	0.05-40	0.025	0.2 - натрия сульфид
19	Ni	0.010-20	0.004	0.05 - никель и соединения никеля
20	Sn	0.02-50	0.01	-
21	Hg	0.0010-0.8	0.0006	0.005 - ртуть металлическая
22	Se	0.02-100	0.015	0.1 - селена диоксид
23	Pb	0.002-10	0.001	0.005 - свинец и его неорганические соединения
24	Sb	0.07-170	0.04	0.2 - пыль сурьмы металлической
25	Ti	0.3-830	0.2	4 - титана нитрид
26	Cr	0.0017-3.3	0.001	0.01 - хроматы в пересчете на CrO_3
27	Zn	0.010-20	0.004	0.1 - фосфид цинка

Таблица 2.

Выбросы промышленных предприятий.
Диапазоны измерений массовой концентрации элементов.

N n/n	Элемент	Диапазон измерений массовой концентрации элемента, мг/м^3
1	Al	0.03-4000
2	Ba	0.10-2550
3	Be	0.002-40
4	V	0.22-4250
5	Bi	0.13-1200
6	W	0.6-10000
7	Fe	0.013-1200
8	Cd	0.0025-500
9	Ca	0.06-1200
10	K	0.06-250
11	Co	0.009-1600
12	Si	0.13-5000
13	Mg	0.03-67
14	Mn	0.013-500
15	Cu	0.009-1600
16	Mo	0.13-1200
17	As	1.0 -8000
18	Na	0.06-250
19	Ni	0.0025-500
20	Sn	0.25-6000
21	Hg	0.00025-1.0
22	Se	0.06-1200
23	Pb	0.005-1200
24	Sb	0.13-1200
25	Ti	0.17-1800
26	Cr	0.0025-250
27	Zn	0.006-500

1. ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Границы относительной погрешности (для доверительной вероятности P=0.95): ± 25 %.

2. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Измерение основано на отборе металлов из газовой фазы методом внешней *или внутренней* фильтрации, переводе металлов в раствор и последующем их определении атомно-абсорбционным методом. Для определения Al, Ba, Be, V, Bi, W, Fe, Ca, Cd, Co, Si, Mg, Mn, Cu, Mo, As, Ni, Sn, Pb, Se, Sb, Ti, Cr, Zn проводится пламенная атомизация пробы; для определения Hg - метод холодного пара. Для определения K и Na применяется атомно-эмиссионный метод с возбуждением в пламени.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

3.1. Средства измерений

Спектрофотометр атомно-абсорбционный типа AAS-3 или С-115 с дейтериевым корректором фона (допускается использование других моделей с аналитическими характеристиками не хуже указанного).

Анализатор ртути типа «Юлия 2М» или приставка к атомно-абсорбционному спектрометру (допускается использование других моделей с аналитическими характеристиками не хуже указанных).

Весы аналитические лабораторные типа ВЛР-200, ГОСТ 24104-88.

Набор гирь типа Г-2-210, 2 класс по ГОСТ 7328-82Е.

Аспиратор для отбора проб воздуха (газа), обеспечивающий расход воздуха не менее 20 $дм^3$/мин при разрежении до 5 кПа (в интервале от 10 до 20 $дм^3$/мин относительная погрешность измерения расхода воздуха не более 10 %).

Реометр стеклянный лабораторный РДС-4 по ГОСТ 9932.

Колбы мерные 2-1000-2; 2-500-2; 2-200-2; 2-100-2; 2-50-2; 2-25-2 и пробирки мерные П-1-10-0.1 или П-2-10-0.2 по ГОСТ 1770-74 .

Пипетки с одной отметкой: 1-2-1; 1-2-2; 2-2-5; 2-2-10; 2-2-20; 2-2-25 по ГОСТ 29169-91.

Пипетки градуированные: 1-1-2-1; 1-1-2-2; 1-1-2-5 по ГОСТ 29227-91:

Цилиндры 3-100, 3-25 по ГОСТ 1770-74.

Дозатор пипеточный ДП-1-1000, ДП-1-500 по ТУ 64-16-78-91.

Секундомер по ГОСТ 5072-79.

Барометр класса точности не ниже 1.0, ГОСТ 23696-79.

Термометры, шкала 0-250 °С по ГОСТ 215-73.

Мановакуумметр с диапазоном измерения от 0 до 10 кПа, с погрешностью измерения 1 %.

Государственные стандартные образцы состава растворов ионов металлов на следующие элементы: Hg, Cd, Mn, Zn, Pb,Co, Cu, Ni, Sr, Cr, Fe, V, Sb, Mo, Bi, Ti, Sn, Si, Na, K, Mg, Ca, Al, Ba, Be, W, As, Se и Ti с массовой концентрацией 1000 мкг/$см^3$ с относительной погрешностью аттестованного значения не превышающей 3 % при P=0.95, ГОСТ 8.315-97.

3.2. Вспомогательные устройства

Спектральные лампы (лампы с полым катодом или высокочастотные) на Al, Ba, Be, V, Bi, W, Fe, Ca, Cd, Co, Si, Mg, Mn, Cu, Mo, As, Ni, Sn, Hg, Pb, Se, Sb, Ti, Cr, Zn.

Стаканы химические термостойкие вместимостью 100 $см^3$.

Плитка электрическая.

Печь муфельная любого типа, обеспечивающая температуру 1000 °С.

Сушильный шкаф, диапазон температур 20-200 °С.

Пробоотборный зонд типа ПЗ ЭПМ или пробоотборные трубки Гинцветмет или НИИОГаз, ГОСТ 50820-95.

Аналитические аэрозольные фильтры типа АФА-ХА по ТУ 95-743-80.

Фильтрующий материал (стекловолокно по ОСТ 6-11-81-77, стекловата по ГОСТ 5679-74, волокно фторин по ТУ 6-06-9-120-88).

Резиновые шланги по ГОСТ 5496-77.

Силикагель марки КСМГ по ГОСТ 3956-76.

Тигли платиновые по ГОСТ 6563-75.

Лампа накаливания зеркальная ЗК 215-225-500-1 по ТУ 16-87.

Чашки стеклянные лабораторные (Петри) по ГОСТ 10973-75.

Термостат любого типа, обеспечивающий поддержание температуры до 70 °С.

3.3. Реактивы

Кислота азотная по ГОСТ 4461-77, хч.
Перекись водорода по ГОСТ 10929-76, хч.
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.
Кислота серная по ГОСТ 4204-77, хч.
Ацетилен газообразный, технический ГОСТ 5457-75.
Закись азота медицинская по ГОСТ 9293-74.
Олово двухлористое, ч, ГОСТ 36-78.
Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490-75, хч.
Калий хлористый по ТУ 6-09-3678-74, осч.
Натрий хлористый по ТУ 6-09-3658-74, осч.
Натрия гидроокись по ГОСТ 4328-77, хч.
Ацетон по ГОСТ 2603-79, чда.
Сжатый воздух.

Примечание:

Допускается применение других средств измерения и оборудования с метрологическими и техническими характеристиками не хуже, а также реактивов по квалификации не ниже вышеуказанных.

4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Производственные помещения, в которых выполняется анализ, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. При выполнении измерений необходимо выполнять Правила по охране труда при использовании химических веществ – ПОТ РМ-004-97, а также требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

При проведении работ по отбору и анализу проб следует руководствоваться требованиями безопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.007-76, ГОСТ 12.1.019-79 и РД 52.04.186-89.

Кроме того, при отборе проб промышленных выбросов в атмосферу должны соблюдаться следующие правила техники безопасности.

Участки газоходов, на которых проводится отбор проб, должны быть изолированы, если температура стенок выше 45 °С.

Площадки для проведения замеров должны быть ограждены перилами и бортовыми листами согласно требованиям ГОСТ 12.2.062-81.

Работы на высоте следует проводить в соответствии с СНиП Ш-4-80.

5. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

Анализ и отбор проб выполняется лаборантом-химиком, прошедшим проверку знаний по технике безопасности, в т.ч. по правилам безопасности при работе в химической лаборатории, включая общие правила работы с кислотами, газовыми баллонами и электроустановками с напряжением до 1000 В, пожарной безопасности и промышленной санитарии и сдавшим экзамен на право допуска к самостоятельной работе. При этом химик лаборант должен освоить методику измерений и уложиться в соответствующие нормативы при выполнении процедуры контроля точности результатов измерений.

6. ОТБОР ПРОБ

6.1. Отбор проб воздуха рабочей зоны

Отбор проб воздуха рабочей зоны производят с помощью аспиратора, согласно его техническому описанию, в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88. Через аэрозольный фильтр в течение времени, указанного в таблице 3, прокачивают воздух с соответствующей скоростью для определяемого металла (Табл. 3).

Таблица 3.

Воздух рабочей зоны. Рекомендуемые объемы воздуха при отборе проб и объемы получаемых растворов.

Элемент	Объёмный расход воздуха, $дм^3$/мин	Время прокачивания, мин	Объем полученного раствора, $см^3$	Элемент	Объёмный расход воздуха, $дм^3$/мин	Время прокачивания, мин	Объем полученного раствора, $см^3$
Al	10	15	10	Cu	10	15	50
Ba	20	30	10	Mo	20	30	10
Be	20	30	10	As	20	30	10
V	20	30	10	Na	20	20	100
Bi	20	30	10	Ni	10	20	25
W	20	15	10	Sn	20	30	10
Fe	20	30	10	Hg	20	20	1000
Cd	20	30	25	Se	20	30	10
Ca	20	15	25	Pb	20	30	10
K	20	20	25	Sb	20	15	10
Co	10	15	10	Ti	10	15	25
Si	20	15	10	Cr	20	30	10
Mg	10	15	200	Zn	10	20	25
Mn	10	20	10				

6.2.Отбор проб выбросов промышленных предприятий

Отбор проб производят при следующих параметрах окружающей среды: температура воздуха – от 0 до 35 °С, относительная влажность до 100 %, атмосферное давление 90 – 104 кПа.

6.2.1. Отбор проб с помощью фильтрующего патрона

Отбор проб проводят в соответствии с ГОСТ Р 50820-95 при установившемся технологическом режиме работы обследуемого источника.

При отборе из газохода проб газа, газовый поток в газоходе должен находится при следующих условиях: давление - 600 - 900 мм рт.ст., температура - 10 – 300 °С (10 – 180 °С - в случае использования волокна фторин в качестве фильтрующего материала).

При отборе проб для определения Si в качестве фильтрующего материала используют только волокно фторин.

При отборе проб фиксируют давление, температуру отбираемого газа, разрежение перед аспиратором, объёмный расход газа на входе в аспиратор, время начала и конца отбора проб.

Набивку патронов проводят таким образом, чтобы при расходе газа около 20 $дм^3$/мин гидравлическое сопротивление патрона составляло 200-400 мм водн. ст.

Место для отбора проб выбирают на прямолинейном участке газохода, расположенном от мест возмущения газового потока на расстоянии не менее 6 диаметров после препятствия и не менее трех диаметров до препятствия. Не следует выбирать место отбора проб вблизи задвижек, дросселей, диффузоров, колен и вентиляторов.

Собирают установку для пробоотбора по схеме (рис.1). Проверяют герметичность собранной схемы: включают аспиратор, устанавливают расход газового потока примерно 15 дм^3/мин, закрывают входное отверстие пробоотборного зонда, при этом создается разрежение в установке. Если в течение 0.5 мин. поплавок ротаметра достигает нулевой отметки, схема считается герметичной. Отбор проб осуществляется при соблюдении условия изокинетичности. Скорость в газоходе (W) определяют в соответствии с ГОСТ 17.2.4.06-90.

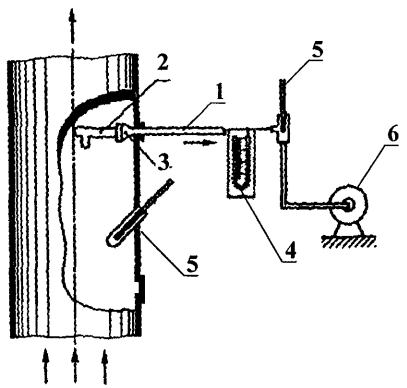

Рис.1. Схема отбора проб. 1 - пробоотборный зонд, 2 - патрон с фильтрующим материалом, 3 - патронодержатель, 4 - моновакуумметр, 5 - термометр, 6 - аспиратор с ротаметром.

Расчет необходимого объемного расхода газа при отборе пробы ($U_Г$) проводят по формуле:

$$U_Г = \frac{3.14 \cdot d^2 \cdot 10^{-4} \cdot W \cdot 10 \cdot 60}{4} = 4.71 \cdot 10^{-2} \cdot d^2 \cdot W \qquad (1),$$

где $U_Г$ – необходимый объемный расход газа при отборе из газохода, дм^3/мин;
d – диаметр сменного наконечника (3-10), мм;
W – скорость газа в газоходе, м/с.

После прохождения газа через пробоотборную систему его объем изменится за счет изменения температуры и сопротивления у ротаметра. Объемный расход газа, проходящего через ротаметр, рассчитывают по формуле:

$$U_p = \frac{U_Г (273 + t_p)(P \pm \Delta P_Г)}{(273 + t_Г)(P - \Delta P_p)} \qquad (2),$$

где U_P – объемный расход газа, проходящего через ротаметр, дм^3/мин;
t_P – температура газа у ротаметра, °С;
P – атмосферное давление, кПа;
$\Delta P_Г$ – избыточное давление (+), разрежение (-) в газоходе, кПа;

$t_Г$ – температура газа в газоходе, °С;

$\Delta P_Р$ – разрежение у ротаметра, кПа.

$\Delta P_Р$ и $t_Р$ определяют по показаниям термометра и ротаметра после включения аспиратора при объемном расходе газа $U_Г$. Затем вычисляют по формуле (2) значение $U_Р$ и выставляют его на ротаметре для дальнейшего отбора пробы.

Если расчетное значение расхода менее 10 дм^3/мин, то необходимо включить в схему отбора проб реометр.

Время отбора необходимо выбирать с учетом требований ГОСТ 17.2.3.02-78 таким образом, чтобы объем отобранной пробы составлял 300 дм^3. Объемный расход газа у ротаметра необходимо поддерживать постоянным в течение всего времени отбора. По окончании отбора установку выключают, патрон осторожно извлекают, помещают контейнер или пакет с соответствующей маркировкой, доставляют в лабораторию и хранят при комнатной температуре до начала анализа. Срок хранения проб не превышает 1 месяца.

6.2.2. Отбор проб с помощью фильтра АФА-ХА

Отбор проб с помощью фильтра АФА-ХА проводят по той же схеме, как и в п.6.2.1 (рис.1). Вместо фильтрующего патрона используют фильтр АФА-ХА. Фильтр устанавливают в соответствии с паспортом пробоотборного устройства. При отборе из газохода проб газа с помощью фильтра, температура газового потока в газоходе должна быть до 150 °С, влажность до 20 г/м^3. В случае отбора проб с газа с высоким содержанием влаги целесообразно использовать пробоотборные трубки с обогревом.

После отбора пробы фильтр с держателем помещают в чашку Петри, чашку запечатывают скотчем, наклеивают этикетку и в таком виде пробы транспортируют в лабораторию и хранят при комнатной температуре до начала анализа.

Примечание:

По окончании отбора серии проб внутреннюю поверхность пробоотборного устройства (наконечник, пробоотборную трубку и фильтродержатель) промывают трехкратно 30 мл ацетона и трехкратно 30 мл 5 % раствора азотной кислоты. Смывы собирают вместе в колбу. Колбу маркируют соответствующим образом и доставляют в лабораторию. Полученный раствор упаривают до влажных солей, проводят ту же пробоподготовку, как и для фильтров при определении соответствующих элементов, в случае необходимости полученный раствор фильтруют и анализируют. Найденную массу определяемого элемента пересчитывают на объем прокаченных через устройство выбросов и вносят соответствующие поправки в конечный результат с учетом количества сделанных отборов.

7. УСЛОВИЯ ПОДГОТОВКИ ПРОБ И ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке проб и выполнении измерений, согласно ГОСТ 15150-69, должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха должна быть 20 ± 5 °С.

атмосферное давление 84.0 – 106.7 кПа (630 - 800 мм рт.ст.)

влажность воздуха не более 80 % при температуре 25 °С.

8. ПОДГОТОВКА К ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗА

8.1. Подготовка растворов

8.1.1. Приготовление смеси азотной и серной кислот (2:1)

Смешивают 100 $см^3$ концентрированной азотной и 50 $см^3$ концентрированной серной кислот. Раствор тщательно перемешивают и охлаждают до комнатной температуры. Срок хранения раствора 1 год.

8.1.2. Приготовление 5 % раствора перманганата калия

Навеску перманганата калия массой 5.0 г растворяют в 95 $см^3$ дистиллированной воды. Срок хранения раствора 1 месяц.

8.1.3. Приготовление разбавленной серной кислоты (1:2)

В 100 $см^3$ дистиллированной воды осторожно растворяют 50 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают до комнатной температуры. Срок хранения раствора 1 год.

8.1.4. Приготовление разбавленной азотной кислоты (1:1)

В 50 $см^3$ дистиллированной воды растворяют 50 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Раствор охлаждают до комнатной температуры. Срок хранения раствора 1 год.

8.1.5. Приготовление раствора восстановителя

Навеску хлористого олова массой 6.0 г растворяют в 20 $см^3$ разбавленной серной кислоты (1:2) и добавляют 40 $см^3$ дистиллированной воды. Срок хранения раствора 1 месяц.

8.1.6. Приготовление 1 % раствора хлористого натрия

Навеску хлористого натрия массой 1.0 г растворяют в 99 $см^3$ дистиллированной воды. Массовая концентрация натрия в полученном растворе не должна превышать 0.05 $мкг/см^3$. Срок хранения раствора 1 год.

8.1.7. Приготовление 1 % раствора хлористого калия

Навеску хлористого калия массой 1.0 г растворяют в 99 $см^3$ дистиллированной воды. Массовая концентрация калия в полученном растворе не должна превышать 0.05 $мкг/см^3$. Срок хранения раствора 1 год.

8.1.8. Приготовление азотной кислоты с концентрацией 0.1 моль/л

7 $см^3$ концентрированной азотной кислоты растворяют в дистиллированной воде и доводят объем полученного раствора до 1 $дм^3$. Срок хранения раствора 0.5 года.

8.2. Подготовка проб

8.2.1 Пробоподготовка для фильтров АФА-ХА

8.2.1.1.Подготовка проб для определения Al, Ba, Be, V, Bi, W, Fe, Ca, Cd, Co, Mg, Mn, K, Cu, Mo, As, Na, Ni, Pb, Ti, Cr, Zn

Фильтр пластмассовым пинцетом извлекают из держателя и помещают в химический стакан вместимостью 100 $см^3$. Фильтр заливают 5 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, выдерживают 30 мин, нагревают раствор и выдерживают при температуре 50-60 °С до полного растворения фильтра и уменьшения объема жидкости до 1 $см^3$. Раствор охлаждают до комнатной температуры. Затем приливают 0.5 $см^3$ перекиси водорода, выдерживают 30 мин, и осторожно нагревают раствор до прекращения вспенивания. Раствор медленно выпаривают до объема 0.5 $см^3$, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью, указанной в таблицах 3 или 4 для соответствующего металла, и объем до метки азотной кислотой с концентрацией 0.1 $моль/см^3$.

При определении K раствор доводят до метки 1 % раствором хлористого натрия. При определении Na раствор доводят до метки 1 % раствором хлористого калия.

Одновременно готовят холостую пробу, повторяя всю процедуру пробоподготовки с чистым фильтром.

8.2.1.2. Подготовка проб для определения Sn и Sb

Фильтр пластмассовым пинцетом извлекают из держателя и помещают в химический стакан вместимостью 100 $см^3$. Фильтр заливают 2 $см^3$ концентрированной серной кислоты и выдерживают при нагревании до полного растворения и уменьшения объема жидкости до 1 $см^3$. Раствор охлаждают до комнатной температуры, количественно переносят в мерную колбу вместимостью, указанной в таблицах 3 или 4, и доводят до метки дистиллированной водой.

Одновременно готовят холостую пробу, повторяя всю процедуру пробоподготовки с чистым фильтром.

Таблица 4.

Выбросы промышленных предприятий. Диапазон массовых концентраций при отборе проб и объемы получаемых растворов.

Элемент	Диапазон массовых концентраций, $мг/м^3$	Объем полученного раствора, $см^3$	Элемент	Диапазон массовых концентраций, $мг/м^3$	Объем полученного раствора, $см^3$
Al	0.03-1.2	10	Cu	0.013-0.25	10
	1.2-60	500		0.13-2.5	100
Ba	0.06-1.2	10		1.3-25	1000
	1.2-25	200	Mo	0.13-2.5	10
Be	0.0012-0.012	10		0.6-12	50
	0.012-0.12	100	As	0.06-6.0	50
	0.024-0.24	500		1.2-120	1000
V	0.13-3.0	25	Na	0.06-0.5	100
	2.5-60	500		0.3-2.5	500
Bi	0.13-2.5	10	Ni	0.0025-0.05	10
	0.6-12	50		0.012-0.25	50
W	0.6-5.0	10		0.25-5.0	1000
	1.6-13	25	Sn	0.25-6.0	50
	13-100	200		2.5-60	500
Fe	0.013-0.25	10	Hg	0.00025-0.002	200
	0.06-1.2	50		0.0013-0.01	1000
	0.65-12	500	Pb	0.005-0.25	10
Cd	0.0025-0.050	10		0.025-1.2	50
	0.013-0.25	50		0.25-12	500
	0.25-5	1000	Se	0.06-3.0	25
K	0.06-0.5	100		0.25-12	100
	0.3-2.5	500	Sb	0.13-3.0	25
Ca	0.06-1.2	50		0.5-12	100
	0.6-12	500	Ti	0.13-3.0	25
Co	0.013-0.25	10		1.3-30	200
	0.13-2.5	100	Cr	0.0025-0.05	10
	1.3-25	1000		0.006-0.12	25
Si	0.13-2.5	10		0.12-2.5	500
	2.5-50	200	Zn	0.006-0.12	25
Mg	0.025-0.5	100		0.05-1.0	200
	0.05-1.0	200		0.25-5.0	1000
Mn	0.013-0.25	50			
	0.25-5	1000			

8.2.1.3. Подготовка проб для определения Hg

Фильтр пластмассовым пинцетом извлекают из держателя и помещают в химический стакан вместимостью 100 $см^3$. Фильтр заливают 25 $см^3$ смеси концентрированной азотной и серной кислот (2:1), выдерживают при температуре 50-60 °С (температуру поддерживают с помощью термостата) в течение 2 часов, охлаждают, приливают по каплям 5 % раствор перманганата калия, до не исчезающей в течение 15 мин, розовой окраски и выдерживают 12 часов. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Одновременно готовят холостую пробу, повторяя всю процедуру пробоподготовки с чистым фильтром.

8.2.1.4. Подготовка проб для определения Si

Фильтр помещают в платиновый тигель и озоляют в муфельной печи при температуре 500-600 °С. После охлаждения золу смешивают с навеской гидроокиси натрия массой 0.2-0.3 г и сплавляют при температуре 600-650 °С в течение 20 мин. Если внесенного количества щелочи недостаточно для разложения золы, в тигель добавляют вторую навеску гидроокиси натрия и повторяют сплавление. Рассчитывают суммарную навеску щелочи (для приготовления холостой пробы). Полученный сплав охлаждают, заливают 5 $см^3$ горячей дистиллированной воды и растворяют при нагревании. После растворения проба переносится в мерную колбу вместимостью, указанной в таблицах 3 или 4, и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Одновременно готовят холостую пробу, повторяя всю процедуру пробоподготовки с чистым фильтром.

8.2.1.5. Подготовка проб для определения Se

Фильтр помещают в химический стакан вместимостью 100 $см^3$, заливают 3 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 1 $см^3$ концентрированной перекиси водорода выдерживают 12 часов. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу и доводят объем до метки азотной кислотой с концентрацией 0.1 моль/$см^3$.

Одновременно готовят холостую пробу, повторяя всю процедуру пробоподготовки с чистым фильтром.

8.2.2. Пробоподготовка для фильтрующего материала из патрона

8.2.2.1.Подготовка проб для определения Al, Ba, Be, V, Bi, W, Fe, Ca, Cd, Co, Mg, Mn, K, Cu, Mo, As, Na, Ni, Pb, Ti, Cr, Zn

Фильтрующий материал пластмассовым пинцетом извлекают из патрона и помещают в химический стакан вместимостью 100 $см^3$, заливают 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, выдерживают 30 мин, нагревают раствор и выдерживают при температуре 50-60 °С. Раствор охлаждают до комнатной температуры. Затем приливают 1.0 $см^3$ перекиси водорода, выдерживают 30 мин, и осторожно нагревают раствор до прекращения вспенивания. Раствор медленно выпаривают до объема 2 $см^3$, охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью, указанной в таблицах 3 или 4 для соответствующего металла, и доводят до метки азотной кислотой с концентрацией 0.1 моль /$см^3$.

При определении K раствор доводят до метки 1 % раствором хлористого натрия. При определении Na раствор доводят до метки 1 % раствором хлористого калия.

Одновременно готовят холостую пробу, повторяя всю процедуру пробоподготовки с чистым фильтрующим материалом.

8.2.2.2. Подготовка проб для определения Sn и Sb

Фильтрующий материал пластмассовым пинцетом извлекают из патрона и помещают в химический стакан вместимостью 100 $см^3$. Фильтрующий материал заливают 4 $см^3$ концентрированной серной кислоты и выдерживают при нагревании до полного растворения и уменьшения объема жидкости до 2 $см^3$. Раствор охлаждают до комнат-

ной температуры, количественно переносят в мерную колбу вместимостью, указанной в таблицах 3 или 4, и доводят до метки дистиллированной водой.

Одновременно готовят холостую пробу, повторяя всю процедуру пробоподготовки с чистым фильтрующим материалом.

8.2.2.3. Подготовка проб для определения Hg

Фильтрующий материал пластмассовым пинцетом извлекают из патрона и помещают в химический стакан вместимостью 100 $см^3$. Фильтрующий материал заливают 25 $см^3$ смеси концентрированной азотной и серной кислот (2:1), выдерживают при температуре 50-60 °С в течение 2 часов, охлаждают, приливают по каплям 5 % раствор перманганата калия, до не исчезающей в течение 15 мин, розовой окраски и выдерживают 12 часов. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят объем до метки дистиллированной водой.

Одновременно готовят холостую пробу, повторяя всю процедуру пробоподготовки с чистым фильтрующим материалом.

8.2.2.4. Подготовка проб для определения Si

Фильтрующий материал помещают в платиновый тигель и озоляют в муфельной печи при температуре 500-600 °С. После охлаждения золу смешивают с навеской гидроокиси натрия массой 1.0-1.5 г и сплавляют при температуре 600-650 °С в течение 20 мин. Если внесенного количества щелочи недостаточно для разложения золы, в тигель добавляют вторую навеску гидроокиси натрия и повторяют сплавление. Рассчитывают суммарную навеску щелочи (для приготовления холостой пробы). Полученный сплав охлаждают, заливают 5 $см^3$ горячей дистиллированной воды и растворяют при нагревании. После растворения проба переносится в мерную колбу вместимостью, указанной в таблицах 3 или 4, и доводят до метки дистиллированной водой.

Одновременно готовят холостую пробу, повторяя всю процедуру пробоподготовки с чистым фильтрующим материалом.

8.2.2.5. Подготовка проб для определения Se

Фильтрующий материал помещают в химический стакан вместимостью 100 $см^3$, заливают 10 $см^3$ концентрированной азотной кислоты и 2 $см^3$ концентрированной перекиси водорода и выдерживают 12 часов. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу и доводят объем до метки азотной кислотой с концентрацией 0.1 моль/$см^3$.

Одновременно готовят холостую пробу, повторяя всю процедуру пробоподготовки с чистым фильтрующим материалом.

8.2.3. Разбавление проб

Если массовая концентрация определяемого элемента в приготовленном по пп. 8.2.1.1.-8.2.1.5.и 8.2.2.1.- 8.2.2.5. растворе выходит за верхнюю границу градуировочного графика, пробу разбавляют дистиллированной водой в 2-100 раз, используя пипетки и мерные колбы.

8.3. Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы готовят в мерных колбах непосредственно перед каждой серией анализов методом последовательного разбавления в соответствии с инструкцией по применению ГСО. Под серией понимают измерения, выполненные в течение одного рабочего дня. В таблице 5 приведены данные для приготовления градуировочных растворов. Для построения градуировочных графиков используют растворы № 1 - 5.

Для приготовления градуировочного раствора с соответствующим номером указанный объем (табл.5; столбец 4) исходного раствора (табл.5; столбец 3) отбирают в мерную колбу указанного объема (табл.5; столбец 5) и доводят до метки. Массовые концентрации полученных таким образом растворов приведены в табл. 5 (столбец 6).

При приготовлении градуировочных растворов № 1-5 для всех металлов, кроме Sb, Sn, Si, Na и K, градуировочные растворы доводят до метки 0.1н азотной кислотой.

В мерные колбы с градуировочными растворами олова и сурьмы добавляют концентрированную серную кислоту из расчета 0.5 $см^3$ на 10 $см^3$ градуировочного раствора.

Градуировочные растворы для определения натрия доводят до метки 1 % раствором хлористого калия. Градуировочные растворы для определения калия доводят до метки 1 % раствором хлористого натрия.

Таблица 5

Растворы для построения градуировочных графиков.

Элемент	N раствора*	Исходный раствор	Объем исходного раствора, $см^3$	Объем мерной колбы, $см^3$	Массовая концентрация элемента в градуировочном растворе, $мг/дм^3$
1	2	3	4	5	6
Al	1	ГСО	2.5	50	50
	2	р-р N 1	25	50	25
	3	ГСО	1.0	100	10
	4	р-р N 3	25	50	5.0
	5	р-р N 3	10	100	1.0
Ba	1	ГСО	5.0	100	50
	2	р-р N 1	30	50	30
	3	р-р N 1	10	50	10
	4	р-р N 1	5.0	50	5.0
	5	р-р N 1	2.5	50	2.5
Be	A	ГСО	5.0	50	10
	1	р-р A	5.0	100	0.50
	2	р-р A	4.0	100	0.40
	3	р-р A	2.5	100	0.25
	4	р-р A	1.0	100	0.10
	5	р-р N 1	10	100	0.050
V	1	ГСО	2.5	50	50
	2	ГСО	2.5	100	25
	3	р-р N 1	10	50	10
	4	р-р N 1	5.0	50	5.0
	5	р-р N 1	2.0	50	2.0
Bi	1	ГСО	5.0	50	100
	2	р-р N 1	25	50	50
	3	р-р N 1	20	100	20
	4	р-р N 1	10	100	10
	5	р-р N 1	5.0	100	5.0
W	A	ГСО	5.0	10	500
	1	р-р A	4.0	10	200
	2	р-р A	2.0	10	100
	3	р-р N 1	4.0	10	80
	4	р-р N 1	2.0	10	40
	5	р-р N 1	2.5	10	25
Fe	1	ГСО	1.0	100	10
	2	р-р N 1	25	50	5.0
	3	р-р N 1	20	100	2.0
	4	р-р N 1	10	100	1.0
	5	р-р N 1	5.0	100	0.50

1	2	3	4	5	6
Ca	1	ГСО	1,0	100	10
	2	р-р N 1	25	50	5.0
	3	р-р N 1	20	100	2.0
	4	р-р N 1	10	100	1.0
	5	р-р N 1	5.0	100	0.50
Cd	A	ГСО	1.0	100	10
	1	р-р А	20	100	2.0
	2	р-р А	10	100	1.0
	3	р-р А	5.0	100	0.50
	4	р-р А	2.0	100	0.20
	5	р-р А	1.0	100	0.10
K	A	ГСО	1.0	100	10
	1	р-р А	20	100	2.0
	2	р-р А	15	100	1.5
	3	р-р А	10	100	1.0
	4	р-р А	5.0	100	0.50
	5	р-р А	2.5	100	0.25
Co	1	ГСО	1.0	100	10
	2	р-р N 1	25	50	5.0
	3	р-р N 1	20	100	2.0
	4	р-р N 1	10	100	1.0
	5	р-р N 1	5.0	100	0.50
Si	1	ГСО	5,0	50	100
	2	р-р N 1	25	50	50
	3	р-р N 1	20	100	20
	4	р-р N 1	10	100	10
	5	р-р N 1	5.0	100	5.0
Mg	A	ГСО	1.0	100	10
	1	р-р А	20	100	2.0
	2	р-р А	15	100	1.5
	3	р-р А	10	100	1.0
	4	р-р А	5.0	100	0.50
	5	р-р А	1.0	100	0.10
Mn	A	ГСО	1,0	100	10
	1	р-р А	20	100	2.0
	2	р-р А	15	100	1.5
	3	р-р А	10	100	1.0
	4	р-р А	5.0	100	0.50
	5	р-р А	1.0	100	0.10
Cu	1	ГСО	1.0	100	10
	2	р-р N 1	25	50	5.0
	3	р-р N 1	20	100	2.0
	4	р-р N 1	10	100	1.0
	5	р-р N 1	5.0	100	0.50
Mo	1	ГСО	5.0	50	100
	2	р-р N 1	25	50	50
	3	р-р N 1	20	100	20
	4	р-р N 1	10	100	10
	5	р-р N 1	5.0	100	5.0

1	2	3	4	5	6
As	1	ГСО	5.0	100	50
	2	ГСО	2.0	100	20
	3	р-р N 1	10	100	5.0
	4	р-р N 1	5.0	100	2.5
	5	р-р N 1	1.0	100	0.50
Na	А	ГСО	1,0	100	10
	1	р-р А	20	100	2.0
	2	р-р А	15	100	1.5
	3	р-р А	10	100	1.0
	4	р-р А	5.0	100	0.50
	5	р-р А	2.5	100	0.25
Ni	А	ГСО	1.0	100	10
	1	р-р А	20	100	2.0
	2	р-р А	15	100	1.5
	3	р-р А	10	100	1.0
	4	р-р А	5.0	100	0.50
	5	р-р А	1.0	100	0.10
Sn	1	ГСО	2.5	50	50
	2	р-р 1	20	50	20
	3	р-р 1	10	50	10
	4	р-р 1	5.0	50	5.0
	5	р-р 1	2.0	50	2.0
Hg	А	ГСО	1.0	100	10
	Б	р-р А	1.0	100	0.10
	1	р-р Б	4.0	100	0.0040
	2	р-р Б	3.0	100	0.0030
	3	р-р Б	2.0	100	0.0020
	4	р-р Б	1.0	100	0.0010
	5	р-р N 3	25	100	0.00050
Pb	1	ГСО	1.0	100	10
	2	р-р N 1	25	50	5.0
	3	р-р N 1	10	100	1.0
	4	р-р N 1	5.0	100	0.50
	5	р-р N 1	2.0	100	0.20
Se	1	ГСО	5.0	100	50
	2	р-р N 1	20	50	20
	3	р-р N 1	10	50	10
	4	р-р N 1	10	100	5.0
	5	р-р N 1	2.0	100	1.0
Sb	1	ГСО	2.5	50	50
	2	р-р N 1	20	50	20
	3	р-р N 1	10	50	10
	4	р-р N 1	5.0	50	5.0
	5	р-р N 1	2.0	50	2.0
Ti	1	ГСО	2.5	50	50
	2	р-р N 1	20	50	20
	3	р-р N 1	10	50	10
	4	р-р N 1	5.0	50	5.0
	5	р-р N 1	2.0	50	2.0

1	2	3	4	5	6
Cr	A	ГСО	1.0	100	10
	1	р-р А	20	100	2.0
	2	р-р А	10	100	1,0
	3	р-р А	5.0	100	0.50
	4	р-р А	2.0	100	0.20
	5	р-р А	1.0	100	0.10
Zn	A	ГСО	0.50	100	10
	1	р-р А	20	100	2.0
	2	р-р А	15	100	1.5
	3	р-р А	10	100	1.0
	4	р-р А	5.0	100	0.50
	5	р-р А	1.0	100	0.10

* для построения градуировочного графика используют растворы с номерами 1-5.

8.4. Подготовка приборов к работе

Подготовку атомно-абсорбционного спектрометра к работе проводят в соответствии с техническим описанием прибора и с приведенными ниже условиями проведения анализа (Табл.6). Калий и натрий определяют в эмиссионном режиме.

Таблица 6

Условия проведения анализа с помощью атомно-абсорбционного спектрометра AAS-3.

Элемент	Длина волны, нм	Ширина щели, мм	Тип пламени	Расход газа, горючий газ/окислитель, $дм^3$/час	Время измерения, с
Al	309.3	0.3	N_2O - C_2H_2	90/250	5
Ba	553.6	0.2	N_2O - C_2H_2	90/240	5
Be	234.9	0.2	N_2O - C_2H_2	90/250	5
V	318.5	0.2	N_2O - C_2H_2	90/250	5
Bi	223.1	0.1	воздух- C_2H_2	70/50	5
W	400.9	0.2	N_2O - C_2H_2	90/240	5
Fe	248.3	0.15	воздух- C_2H_2	70/50	5
Cd	228.8	0.2	воздух- C_2H_2	70/50	5
Ca	422.7	0.5	N_2O - C_2H_2	90/240	5
K	766.5	0.4	воздух- C_2H_2	70/50	5
Co	240.7	0.1	воздух- C_2H_2	70/65	5
Si	251.6	0.2	N_2O - C_2H_2	90/230	5
Mg	285.2	0.2	воздух- C_2H_2	70/70	5
Mn	279.5	0.2	воздух- C_2H_2	70/70	5
Cu	324.8	0.3	воздух- C_2H_2	70/50	5
Mo	313.3	0.2	N_2O - C_2H_2	65/90	5
As	193.7	0.15	N_2O - C_2H_2	90/210	5
Na	589.0	0.2	воздух- C_2H_2	70/70	5
Ni	232.0	0.2	воздух- C_2H_2	70/60	5
Sn	235.5	0.3	N_2O - C_2H_2	90/240	5
Se	196.0	0.2	N_2O - C_2H_2	90/240	5
Pb	283.3	0.3	воздух- C_2H_2	70/70	5
Sb	217.6	0.2	воздух- C_2H_2	70/70	5
Ti	364.3	0.2	N_2O - C_2H_2	90/240	5
Cr	357.9	0.2	воздух- C_2H_2	65/85	5
Zn	213.9	0.2	воздух- C_2H_2	70/50	5

Подготовку анализатора ртути к работе проводят в соответствии с техническим описанием прибора.

9. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Условия проведения анализа указаны в п.8.4. Для всех металлов, кроме K и Na используют корректор фона.

9.1. Проведение анализа с помощью атомно-абсорбционного спектрометра

Раствор анализируемой пробы, градуировочный раствор или раствор холостой пробы вводят в пламенный атомизатор подготовленного к работе спектрометра и атомизируют. Регистрируют значение атомной абсорбции для градуировочного раствора или раствора анализируемой пробы после вычитания значения атомной абсорбции от холостой пробы (далее – сигнал абсорбции). Затем промывают атомизатор, распыляя в пламя дистиллированную воду, и выполняют второй (параллельный) ввод раствора и регистрацию сигнала абсорбции.

9.2. Проведение анализа на анализаторе ртути или ртутной приставке

Анализ проводят в соответствии с описанием анализатора ртути или ртутной приставки.

9.3. Контроль сходимости сигналов абсорбции

В ходе анализа контролируют сходимость зарегистрированных сигналов абсорбции. Расхождение двух сигналов абсорбции, отнесенное к среднему арифметическому, (d) не должно превышать 25 % (для P = 0.95).

10. ПОСТРОЕНИЕ ГРАДУИРОВОЧНЫХ ХАРАКТЕРСТИК

Построение градуировочных характеристик для каждого определяемого элемента проводят методом наименьших квадратов непосредственно перед каждой серией определений по двум параллельным измерениям для каждого из пяти градуировочных растворов этого элемента. На оси абсцисс откладывают средний сигнал абсорбции, а по оси ординат - соответствующее значение массовой концентрации определяемого элемента в градуировочном растворе.

10.1. Контроль линейности градуировочной характеристики

Градуировочная характеристика должна соответствовать прямолинейной зависимости с коэффициентом корреляции не менее 0,98.

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

Массовую концентрацию определяемого элемента в растворе анализируемой пробы (C_1,мг/дм^3) находят по градуировочной характеристике, исходя из среднего сигнала абсорбции.

Массовую концентрацию определяемого элемента (C, мг/м^3) в газовой пробе вычисляют по формуле:

$$C = \frac{C_1 \times V_1}{V_0} \qquad (3)$$

V_1 - объем раствора анализируемой пробы, см^3;

V_0 - объем газовой пробы, приведенный к стандартным условиям, дм^3;

Для воздуха рабочей зоны:

$$V_0 = \frac{293 \times P}{760 \times (273+t)} \times u \times (\tau_2 - \tau_1) \qquad (4)$$

где Р - атмосферное давление при отборе пробы воздуха, мм рт. ст.;
u –объёмный расход воздуха при отборе пробы, дм^3/мин;
τ_2 , τ_1 - время начала и конца отбора пробы, мин;
t - температура воздуха на входе в аспиратор, ^{0}С.

Для выбросов промышленных предприятий:

$$V_0 = \frac{273 \times (P \pm \Delta P)}{760 \times (273+t)} \times u \times (\tau_2 - \tau_1) \qquad (5)$$

где Р - атмосферное давление при отборе пробы воздуха, мм рт. ст.;
u - расход воздуха при отборе пробы, дм^3/мин;
τ_2 , τ_1 - время начала и конца отбора пробы, мин;
t - температура воздуха на входе в аспиратор, ^{0}С.
Δ Р - разрежение перед аспиратором, мм.рт.ст.

В случае дополнительного разбавления приготовленного раствора анализируемой пробы массовую концентрацию определяемого элемента С (мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{(C_1 \times n) \times V_1}{V_0} \qquad (6)$$

где n - степень разбавления раствора анализируемой пробы.

12. КОНТРОЛЬ СТАБИЛЬНОСТИ ГРАДУИРОВОЧНОЙ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Через каждые 10 проб в каждой серии измерений измеряют массовую концентрацию элемента в градуировочном растворе, соответствующем середине градуировочного интервала. Модуль относительного отклонения (R) результата измерений массовой концентрации элемента в градуировочном растворе от приписанного значения не должен превышать 12 %. В том случае, когда это условие не выполняется, градуировочный график рекалибруют.

13. КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ МАССЫ МЕТАЛЛА НА ФИЛЬТРЕ

Контроль проводят в каждой серии измерений с помощью контрольных проб, приготовленных следующим образом: в химический стакан помещают чистый фильтр, добавляют 5.0 см^3 градуировочного раствора N1 и высушивают под инфракрасной лампой.

Контрольные пробы анализируют в начале серии, через каждые 20 реальных проб и в конце серии.

Результат контроля признают положительным при выполнении условия:

$$\frac{|C_1 \times V_1 - C^* \times 5{,}0|}{C^* \times 5{,}0} \times 100 \leq 20 \qquad (7)$$

где C* - массовая концентрация определяемого элемента в градуировочном растворе N1, мг/дм^3.

Если это условие не выполняется, проведение анализа приостанавливают, выясняют причины получения аномального результата, устраняют их и возобновляют аналитическую процедуру. При этом аннулируют результаты, полученные после анализа предыдущей контрольной пробы, а соответствующие пробы анализируют повторно.

14. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения представляют в следующем виде:

С мг/м^3 ; $\delta = \pm 25$ %; P=0.95 или $(C \pm \Delta)$, мг/м^3, (P = 0.95)

где Δ=0,25C - граница абсолютной погрешности измерений для доверительной вероятности P=0,95.

С и Δ записывают с указанием двух значащих цифр. Если С менее нижней границы диапазона измерений (Сн), указанной в табл. 1 и 2, то результат измерений записывают в виде: < Сн мг/м^3.

Примеры для алюминия:
0,081 ±0,020 ; 0,24 ±0,06; 12±3; 48±12; (0,21±0,05)x10^3;
< 0,07

Разработано:

Научный сотрудник
РНЦ "Прикладная химия"
Л. А. Васильева.

Младший научный сотрудник
РНЦ "Прикладная химия"
Л.П. Полякова.

КОМИТЕТ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

IENDELEYEV INSTITUTE FOR
METROLOGY
(VNIIM)

State Centre for Measuring
rument Testing and Certification

ГОСУДАРСТВЕННОЕ
ПРЕДПРИЯТИЕ
"ВНИИМ им.Д.И.Менделеева"

Государственный сертификационный
испытательный центр средств измерений

ovsky pr. Fax (812) 113 01 14
sburg Phone (812) 251 76 01
Russia (812) 259 97 59
E-mail hal@onti.vniim.spb.su

198005 Факс (812) 113 01 14
Санкт-Петербург Телефон (812) 251 76 01
Московский пр., 19 (812) 259 97 59
Телетайп 821 788
E-mail gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО

SERTIFICATE

OF COMPLIANCE

об аттестации МВИ

№ 2420/ 36 - 2002

Методика выполнения измерений массовой концентрации металлов в воздухе рабочей зоны и в промышленных выбросах атомно-абсорбционным методом элементов, разработанная ФГУП РНЦ «Прикладная химия» (197198, Санкт-Петербург, пр. Добролюбова, 14) и регламентированная в документе М-02-505-92-2002 (СПб, 2002 г.) аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке МВИ.

В результате аттестации МВИ установлено, что МВИ соответствует предъявленным к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными в приложении к настоящему свидетельству.

Дата выдачи свидетельства 25 апреля 2002 г.

Руководитель лаборатории
государственных эталонов в
области аналитических измерений
тел. (812)-315-11-45

Л.А.Конопелько

Метрологические характеристики МВИ:

Определяемый элемент (металл)	Диапазон измерений массовой концентрации элемента, мг/м^3	
	воздухе рабочей зоны	в промышленных выбросах
Алюминий	от 0,07 до 350	от 0,03 до 4,0x10^3
Барий	от 0,043 до 85	от 0,10 до 2,5x10^3
Бериллий	от 0,0009 до 0,9	от 0,002 до 40
Ванадий	от 0,030 до 85	от 0,22 до 4,45 x10^3
Висмут	от 0,10 до 200	от 0,13 до 1,2x10^3
Вольфрам	от 1,3 до 1,0 x10^3	от 0,6 до 10 x10^3
Железо	от 0,010 до 20	от 0,013 до 1,2x10^3
Кадмий	от 0,0025 до 5	от 0,0025 до 500
Кальций	от 0,05 до 100	от 0,06 до 1,2x10^3
Калий	от 0,025 до 20	от 0,06 до 250
Кобальт	от 0,03 до 70	от 0,009 до 1600
Кремний	от 0,17 до 330	от 0,13 до 5,0x10^3
Магний	от 0,2 до 400	от 0,03 до 67
Марганец	от 0,007 до 13	от 0,013 до 500
Медь	от 0,15 до 30	от 0,009 до 1,6x10^3
Молибден	от 0,10 до 20	от 0,13 до 1,2x10^3
Мышьяк	от 0,010 до 80	от 1,0 до 8,0x10^3
Натрий	от 0,05 до 40	от 0,06 до 250
Никель	от 0,010 до 20	от 0,0025 до 500
Олово	от 0,02 до 50	от 0,25 до 6,0x10^3
Ртуть	от 0,0010 до 0,8	от 0,00025 до 1,0
Селен	от 0,02 до 100	от 0,06 до 1,2x10^3
Свинец	от 0,002 до 10	от 0,005 до 1,2x10^3
Сурьма	от 0,07 до 170	от 0,13 до 1,2x10^3
Титан	от 0,3 до 830	от 0,17 до 1,8x10^3
Хром	от 0,0017 до 3,3	от 0,0025 до 250
Цинк	от 0,010 до 20	от 0,006 до 500

Границы относительной погрешности результата измерений массовой концентрации определяемого элемента ±25 % (при доверительной вероятности P=0,95)

Нормативы контроля точности результатов измерений:

Наименование операции	№ пункта в документе на МВИ	Контролируемая характеристика	Норматив контроля
Контроль сходимости сигналов абсорбции	9.2.	Расхождение двух сигналов абсорбции, отнесённое к среднему арифметическому	(для P = 0,95) d =25 %
Контроль погрешности построения градуировочной характеристики	10.1.	Коэффициент корреляции	Не менее 0,98
Контроль стабильности градуировочной характеристики	12.	Модуль относительного отклонения результата измерений массовой концентрации элемента в градуировочном растворе от приписанного значения	R= 12 %
Контроль погрешности измерений массы элемента на фильтре	13.	Модуль относительного отклонения результата измерений массы элемента на фильтре от заданного значения	$K_м$= 20 %

Руководитель сектора Г.Р.Нежиховский

gost.e-ecolog.ru

Методика прошла с положительным результатом экспертизу во ВНИИ "Атмосфера" Минприроды РФ (Экспертное заключение № 165/33 от 11.04.2002 г.)