ЗАО «Аквилон»

МЕТОДЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Воздух атмосферный, воздух жилых и общественных зданий

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ И ТОКСИЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ (Cd, Pb, Cu, Zn, Bi, Tl, Ag, Fe, Se, Co, Ni, As, Sb, Hg, Mn) В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ, ВОЗДУХЕ ЖИЛЫХ И ОБЩЕСТВЕННЫХ ЗДАНИЙ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

ПНД Ф 13.2:3.51-06 (издание 2008 г.)

ФР.1.31.2008.01728

gost.e-ecolog.ru

Методика выполнения измерений (МВИ) массовой концентрации тяжелых металлов и токсичных элементов (кадмия, свинца, меди, цинка, висмута, таллия, серебра, никеля, кобальта, селена, железа, мышьяка, сурьмы, ртути, марганца) в атмосферном воздухе и воздухе жилых и общественных зданий методом инверсионной вольтамперометрии метрологически аттестована ФГУП «Всероссийским научно-исследовательским институтом Метрологической службы» (ФГУП «ВНИИМС») Федерального Агентства по техническому регулированию и метрологии.

Свидетельство о метрологической аттестации № 14-08 от 04 марта 2008

Регистрационный номер МВИ в Федеральном информационном фонде по обеспечению единства измерений ФР.1.31.2008.01728

МВИ зарегистрирована в Федеральном реестре методик количественного химического анализа и оценки состояния объектов окружающей среды, допущенных для государственного экологического контроля и мониторинга (ПНД Ф) ФБУ «ФЦАО» Росприроднадзора.

МВИ не имеет ограничения срока действия.

МВИ считается подлинником при наличии печати разработчика

Учетный номер экземпляра _____

Разработчик:
ЗАО «Аквилон»
Адрес: 111024 , г.Москва, пр.2-й Кабельный, д.1
тел./факс (495) 925 72 20 (21) (многоканальный)
E-mail: gost.e-ecolog.ru

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ И ТОКСИЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ (Cd, Pb, Cu, Zn, Bi, Tl, Ag, Fe, Se, Co, Ni, As, Sb, Hg, Mn) В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ, ВОЗДУХЕ ЖИЛЫХ И ОБЩЕСТВЕННЫХ ЗДАНИЙ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика выполнения измерений устанавливает инверсионно-вольтамперометрический метод определения массовой концентрации тяжелых металлов и токсичных элементов (Cd, Pb, Cu, Zn, Bi, Tl, Ag, Fe, Se, Co, Ni, As, Sb, Hg, Mn) в атмосферном воздухе и воздухе жилых и общественных зданий.

Метод обеспечивает получение результатов измерений массовой концентрации кадмия, свинца, меди, цинка, висмута, таллия, никеля, кобальта, железа, серебра, селена, мышьяка, сурьмы, ртути, марганца в атмосферном воздухе и воздухе жилых и общественных зданий в диапазонах и с метрологическими характеристиками, приведенными в таблице 1.

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 12.1.005-00	Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
ГОСТ 12.1.016-79	Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ.
ГОСТ 12.4.009-83	Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.
ГОСТ 12.4.021-75	Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования.
ГОСТ Р 8.563-96	Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений
ГОСТ Р ИСО 5725-2002	Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. (Части 1-6)
ГН 2.1.6.695-98	Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест.
ГН 2.1.6.696-98	Ориентировочно безопасные уровни воздействия (ОБУВ) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест
РД 52.04.186-89	Руководство по контролю загрязнения атмосферы.

3 ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

В настоящем стандарте используют определения и сокращения с учетом требований ГОСТ 8.315, ГОСТ Р 1.12, ГОСТ 8.563, ГН 2.1.6.695-696.

4 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Инверсионно-вольтамперометрический метод основан на зависимости тока, проходящего через ячейку анализатора с анализируемым раствором, от массовой доли элемента, содержащегося в растворе и функционально связанного с формой и параметрами приложенного к электродам поляризующего напряжения.

Инверсионно-вольтамперометрический метод базируется на способности анализируемого элемента электрохимически накапливаться на поверхности или в объеме индикаторного (рабочего) электрода и растворяться в процессе анодной или катодной поляризации при определенном потенциале, характерном для каждого элемента.

Высота пика элемента, регистрируемого на вольтамперограмме, пропорциональна массовой доле элемента в растворе.

Процесс вольтамперометрического определения содержания элементов в инверсионном режиме включает в себя:

-электрохимическую очистку измерительного (рабочего) электрода;

-электрохимическое накопление элемента на измерительном электроде;

-электрорастворение накопленного элемента при развертке потенциала при заданных режимах.

Массовую концентрацию элемента в растворах проб после их минерализации определяют методом «стандартных добавок», не требующим построения градуировочной кривой.

«Метод стандартных добавок» основан на регистрации вольтамперограмм серии растворов для каждой пробы: 1) фонового электролита (фона); 2) пробы, подготовленной к измерениям; 3) той же пробы, в которую вводят раствор-добавку измеряемого элемента, с известной массовой концентрацией при одних и тех же параметрах измерений (приложение А).

Объем раствора-добавки, вносимого в измеряемую пробу после регистрации вольтамперограмм, подбирают таким образом, чтобы после введения раствора-добавки в пробу высота аналитического пика определяемого элемента на вольтамперограмме увеличивалась в (1,5 .....3) раза. Раствор-добавку можно вводить последовательно несколько раз*, однако суммарный объем всех добавок* не должен превышать 10% (2 $см^3$) объема пробы в ячейке.

Примечание Объем(ы) растворов- добавок, количество их и массовая концентрация регистрируются в программе анализатора.*

Результаты измерений рассчитываются автоматически сравнением значений аналитических сигналов элемента на вольтамперограммах серии растворов.

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности (и её составляющих) результатов измерений при доверительной вероятности Р=0,95, не превышает значений, приведенных в таблице 1, для соответствующих диапазонов измерений.

Таблица 1

Наименование элемента	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/м^3	Показатель точности (границы относительной погрешности), ±δ, % при Р=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r^*, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R^*, %	Предел повторяемости, r*, %, Р=0,95, n=2
Кадмий	От 0,00020 до 0,0030 вкл.	25	8	11	22
Свинец	От 0,00020 до 0,0030 вкл.	25	8	11	22
Медь	От 0,0005 до 0,010 вкл.	25	9	11	25
Цинк	От 0,0020 до 0,030 вкл.	25	9	11	25
Висмут	От 0,010 до 0,20 вкл.	25	6,5	11	18
Таллий	От 0,00020 до 0,004 вкл.	25	9	11	25
Никель	От 0,00010 до 0,0020 вкл.	25	9	11	25
Кобальт	От 0,00020 до 0,004 вкл.	25	9	11	25
Железо	От 0,020 до 0,5 вкл.	25	4	11	11
Серебро	От 0,0020 до 0,05 вкл.	25	5,5	11	15
Селен	От 0,000030 до 0,0005 вкл.	25	9	11	25
Мышьяк	От 0,0020 до 0,030 вкл.	25	8	11	22
Сурьма	От 0,010 до 0,20 вкл.	25	8	11	22
Ртуть	От 0,00020 до 0,0030 вкл.	25	9	11	25

Марганец	От 0,0005 до 0,010 вкл.	25	5,5	11	15
* для отобранных проб после минерализации					

6 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

Температура окружающего воздуха, °С	20 – 35
Атмосферное давление, кПа	84,0 - 106,1(760 ± 30 мм рт.ст);
Относительная влажность воздуха, %	65 ± 15
Частота питающей сети, Гц	50 ± 1
Напряжение питания в сети, В	220^{+22}_{-33}

7 ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ИОНОВ КАДМИЯ, СВИНЦА, ТАЛЛИЯ, ЦИНКА, МЕДИ И ВИСМУТА

7.1 Средства измерений, оборудование, реактивы

7.1.1 Анализатор вольтамперометрический АКВ по ТУ 4215-001-81696414 с трехэлектродным датчиком и системой сбора и обработки данных со следующими метрологическими характеристиками:

предел обнаружения ионов кадмия, мг/дм^3 $5*10^{-5}$

предел допускаемых значений относительного (СКО) случайной составляющей погрешности результатов измерений, % - не более 4.

7.1.2 ГСО состава водных растворов ионов металлов с аттестованным значением массовой концентрации ионов 1,0 г/дм^3 и относительной погрешностью аттестованного значения не более (±1)% (при Р=0,95). Например,

ГСО раствора ионов кадмия 5690 или 7472;

ГСО раствора ионов свинца 7012 или 7252;

ГСО раствора ионов таллия 6081;

ГСО раствора ионов цинка 8053 или 7227;

ГСО раствора ионов меди 7998 или 7226;

ГСО раствора ионов висмута 6065.

7.1.3 Весы лабораторные общего назначения с наибольшим пределом взвешивания 200 г кл. специальный по ГОСТ 24104.

7.1.4 Дозаторы медицинские лабораторные переменного объема 5 – 100 и 200 – 1000 мкл. по ГОСТ 28311.

7.1.5 Пипетки мерные лабораторные стеклянные 2 класса точности по ГОСТ 29227 и ГОСТ 29169: вместимостью (0,5; 1.0; 2,0; 5,0; 10,0) см^3.

7.1.6 Посуда мерная лабораторная стеклянная 2 класса точности по ГОСТ 1770: колбы мерные наливные вместимостью 25 см^3; 50 см^3; 100 см^3; 500 см^3;1000 см^3; ци-

линдры вместимостью 10 $см^3$; 25 $см^3$; 50 $см^3$, 100 $см^3$, 1000 $см^3$; пробирки мерные вместимостью 10 $см^3$; 15 $см^3$; 20 $см^3$.

7.1.7 Секундомер

7.1.8 Аспирационное устройство

7.1.9 Фильтры АФА-ХА или АФА-ВП

7.1.10 Шкаф сушильный лабораторный с диапазоном регулирования температуры 40 - 150^0С.

7.1.11 Автоклавный комплекс МКП-04 или МКП-05 «Анкон - АТ-2» или электропечь сопротивления камерная лабораторная с диапазоном регулирования температуры 200 - 1100^0С

7.1.12 Аппарат для приготовления бидистиллированной воды (стеклянный) АСД-4 по ГОСТ 28165.

7.1.13 Баня песчаная

7.1.14 Стаканчики с притертыми крышками вместимостью 20 – 30 $см^3$ по ГОСТ 25336.

7.1.15 Чаши выпарительные вместимостью 20 – 50 $см^3$ по ГОСТ 29225 или по ГОСТ 1990

7.1.16 Воронки фильтрующие ВФ-1-32 ПОР 40 ТХС, В-25-312 ХС, В-36-50 ХС по ГОСТ 25336.

7.1.17 Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

7.1.18 Эксикатор по ГОСТ 25336

7.1.19 Калий хлористый по ГОСТ 423

7.1.20 Кислота азотная марки "ос.ч"по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125 (d =1,42 $г/см^3$).

7.1.21 Спирт этиловый ректификованный, технический по ГОСТ 18300.

7.1.22 Кислота серная по ГОСТ 4204 (d =1, 84 $г/см^3$).

7.1.23 Кислота соляная по ГОСТ 14261 (d =1,185 $г/см^3$).

7.1.24. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.1.25 Ртуть (II) азотнокислая, одноводная по ГОСТ4520

Примечание - Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных выше. Все реактивы должны быть квалификации ос.ч или х.ч.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ
РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО–ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ
ВНИИМС
119361 Москва, Озёрная ул., д. 46 E-mail: gost.e-ecolog.ru Тел. (495) 437 9419
Факс: (495) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 14-08

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

Методика выполнения измерений массовой концентрации тяжелых металлов и токсичных элементов (Cd, Pb, Cu, Zn, Bi, Tl, Ag, Fe, Se, Co, Ni, As, Sb, Hg, Mn) в атмосферном воздухе, воздухе жилых и общественных зданий методом инверсионной вольтамперометрии

Методика выполнения измерений массовой концентрации тяжелых металлов и токсичных элементов (Cd, Pb, Cu, Zn, Bi, Tl, Ag, Fe, Se, Co, Ni, As, Sb, Hg, Mn) в атмосферном воздухе, воздухе жилых и общественных зданий методом инверсионной вольтамперометрии, разработанная ЗАО "Аквилон", аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563–96 и ГОСТ Р ИСО 5725–2002.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований МВИ.

В результате аттестации установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на обороте настоящего свидетельства.

При реализации методики в лаборатории обеспечивают контроль стабильности результатов анализа на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости и показателя правильности.

Дата выдачи 4 марта 2008 года

Заместитель директора В. Н. Яншин

РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Наименование элемента	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/м^3	Показатель точности (границы относительной погрешности), ±δ, %, при Р=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r^*, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R^*, %	Предел повторяемости, r*, %, Р=0,95, n=2
Кадмий	От 0,00020 до 0,0030 вкл.	25	8	11	22
Свинец	От 0,00020 до 0,0030 вкл.	25	8	11	22
Медь	От 0,0005 до 0,010 вкл.	25	9	11	25
Цинк	От 0,0020 до 0,030 вкл.	25	9	11	25
Висмут	От 0,010 до 0,20 вкл.	25	6,5	11	18
Таллий	От 0,00020 до 0,004 вкл.	25	9	11	25
Никель	От 0,00010 до 0,0020 вкл.	25	9	11	25
Кобальт	От 0,00020 до 0,004 вкл.	25	9	11	25
Железо	От 0,020 до 0,5 вкл.	25	4	11	11
Серебро	От 0,0020 до 0,05 вкл.	25	5,5	11	15
Селен	От 0,000030 до 0,0005 вкл.	25	9	11	25
Мышьяк	От 0,0020 до 0,030 вкл.	25	8	11	22
Сурьма	От 0,010 до 0,20 вкл.	25	8	11	22
Ртуть	От 0,00020 до 0,0030 вкл.	25	9	11	25
Марганец	От 0,0005 до 0,010 вкл.	25	5,5	11	15

* - для отобранных проб после минерализации

Начальник сектора О. Л. Рутенберг

gost.e-ecolog.ru