ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГБУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»



В.В. Новиков

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА, ПРОМБРОСОВ В АТМОСФЕРУ И ВОЗДУХА РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ КОМПОНЕНТОВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ, АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ, ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ В АТМОСФЕРУ МЕТОДОМ АТОМНО-ЭМИССИОННОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ С ИНДУКТИВНО-СВЯЗАННОЙ ПЛАЗМОЙ

ПНД Ф 13.1:2:3.71-11

ФР.1.31.2015.21767

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
(издание 2015 г.)

gost.e-ecolog.ru

СОДЕРЖАНИЕ МЕТОДИКИ

	Лист
1 Назначение и область применения	4
2 Метод измерений	5
3 Требования к показателям точности измерений	5
4 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, материалам и реактивам	6
5 Требования безопасности, охраны окружающей среды	9
6 Требования к квалификации операторов	9
7 Требования к условиям измерений	10
8 Подготовка к выполнению измерений	11
9 Требования к отбору проб	19
10 Порядок выполнения измерений	24
11 Обработка результатов измерений	24
12 Оформление результатов измерений	26
13 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории	26
Приложение А	29
Приложение Б	30
Приложение В	31

1 НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовых концентраций определяемых компонентов в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе, промышленных выбросах методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой (АЭС-ИСП).

Перечень определяемых компонентов и диапазоны измерений содержаний определяемых компонентов приведены в таблице 1.

Таблица 1 – Наименование определяемого компонента, диапазон измерений

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений	
	мг/м^3	в аналитической пробе, мкг
Бериллий	от 0,00017 до 0,5 вкл.	от 0,0255 до 500 вкл.
Селен	от 0,0005 до 10,0 вкл.	от 0,075 до 10000 вкл.
Барий	от 0,0075 до 2,0 вкл.	от 1,125 до 2000 вкл.
Ртуть	от 0,00017 до 0,125 вкл.	от 0,0255 до 125 вкл.
Никель	от 0,0005 до 10,0 вкл.	от 0,075 до 10000 вкл.
Кадмий	от 0,0002 до 5,0 вкл.	от 0,03 до 5000 вкл.
Кобальт	от 0,0002 до 5,0 вкл.	от 0,03 до 5000 вкл.
Теллур	от 0,0005 до 5,0 вкл.	от 0,075 до 5000 вкл.
Ванадий	от 0,0002 до 25,0 вкл.	от 0,03 до 25000 вкл.
Свинец	от 0,0005 до 10,0 вкл.	от 0,075 до 10000 вкл.
Мышьяк	от 0,0005 до 3,0 вкл.	от 0,075 до 3000 вкл.
Хром	от 0,0005 до 10,0 вкл.	от 0,075 до 10000 вкл.
Медь	от 0,0005 до 10,0 вкл.	от 0,075 до 10000 вкл.
Висмут	от 0,001 до 10,0 вкл.	от 0,15 до 10000 вкл.
Серебро	от 0,001 до 3,0 вкл.	от 0,15 до 3000 вкл.
Марганец	от 0,001 до 10,0 вкл.	от 0,15 до 10000 вкл.
Сурьма	от 0,001 до 10,0 вкл.	от 0,15 до 10000 вкл.
Олово	от 0,001 до 5,0 вкл.	от 0,15 до 5000 вкл.
Галлий	от 0,001 до 10,0 вкл.	от 0,15 до 10000 вкл.
Молибден	от 0,001 до 10,0 вкл.	от 0,15 до 10000 вкл.
Литий	от 0,0025 до 2,0 вкл.	от 0,375 до 2000 вкл.
Цинк	от 0,001 до 10,0 вкл.	от 0,15 до 10000 вкл.
Алюминий	от 0,00125 до 25,0 вкл.	от 0,1875 до 25000 вкл.
Железо	от 0,00125 до 25,0 вкл.	от 0,1875 до 25000 вкл.
Титан	от 0,005 до 25,0 вкл.	от 0,75 до 25000 вкл.
Вольфрам	от 0,01 до 17,0 вкл.	от 1,5 до 17000 вкл.
Магний	от 0,01 до 25,0 вкл.	от 1,5до 25000 вкл.
Кремний	от 0,025 до 25,0 вкл.	от 3,75 до 25000 вкл.

Данная методика предназначена для применения в санитарных и экоаналитических лабораториях.

2 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод измерений основан на аспирации проб воздушных (газовоздушных) объектов способом внутренней фильтрации (в патроны со стекловолокном или фторопластовым волокном) или внешней фильтрации (на фильтры АФА), с последующим переводом проб смесью кислот в раствор, введении полученного раствора в виде аэрозоля в источник индуктивно-связанной аргоновой плазмы и измерении интенсивности излучения (эмиссии) возбужденных атомов и ионов определяемого компонента. Интенсивность излучения зависит от массовой концентрации определяемого компонента в растворе анализируемой пробы.

Зависимость аналитического сигнала от его массовой концентрации в растворе устанавливают путем градуировки с помощью серии градуировочных растворов.

Массовую концентрацию компонентов в растворе анализируемой пробы определяют по градуировочной характеристике с учетом добавки известного количества внутреннего стандарта.

3 ТРЕБОВАНИЯ К ПОКАЗАТЕЛЯМ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

3.1 Нормы погрешности измерений

3.1.1 Норма погрешности измерений при контроле атмосферного воздуха

В соответствии с «Перечнем измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и выполняемых при осуществлении деятельности в области охраны окружающей среды и обязательных метрологических требований к ним, в том числе показателей точности» (утвержденным Приказом Минприроды от 7 декабря 2012 № 425) предельно допустимая погрешность измерений концентрации органических и неорганических веществ в атмосферном воздухе $\delta_н = \pm (10...25)$ %.

3.1.2 Норма погрешности измерений при контроле воздуха рабочей зоны

В соответствии с «Перечнем измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и производимых при выполнении работ по обеспечению безопасных условий и охраны труда, в том числе на опасных производственных объектах, и обязательных метрологических требований к ним, в том числе показателей точности» (утвержденным Приказом Министерства здравоохранения и социального развития Российской Федерации от 9 сентября 2011 г. № 1034н) предельно допустимая погрешность измерений массовой концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны ($\delta_н$, %) не должна превышать ±25% при единичных измерениях (при однократном отборе проб). Нормируемые значения предельно допустимых концентраций (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны приведены в ГН 2.2.5.1313-03.

3.1.3 Норма погрешности измерений при контроле промышленных выбросов

В соответствии с «Перечнем измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и выполняемых при осуществлении деятельности в области охраны окружающей среды и обязательных метрологических требований к ним, в том числе показателей точности» (утвержденным Приказом Минприроды от 7 декабря 2012 № 425) предельно допустимая погрешность измерений

концентрации органических и неорганических веществ в промышленных выбросах в атмосферу $\delta_н = \pm (8...25)$ %.

3.2 Приписанные характеристики погрешности измерений и ее составляющих

Методика измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 2.

Таблица 2 - Значения характеристики погрешности методики, стадии отбора аналитической пробы и аналитической стадии[1]

Показатель точности методики (границы относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95), ± δ, %	Показатель точности стадии отбора аналитической пробы (границы относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95), $\pm \delta_{отп}$, %	Показатель точности аналитической стадии (границы относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95), $\pm \delta_{а}$, %
25	10	23

Значения метрологических характеристик методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- проверке квалификации лаборатории;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики измерений в конкретной лаборатории.

Таблица 3 - Значения составляющих характеристики погрешности и предела воспроизводимости аналитической стадии методики

Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости[2], $\sigma_{Ra,o}$, %	Границы относительной систематической погрешности при доверительной вероятности P = 0,95, $\pm \delta_{с,а}$, %	Предел воспроизводимости аналитической стадии методики (относительное значение допускаемого расхождения для двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, при доверительной вероятности P = 0,95), $R_{а,о}$ %
11	8	30

4 ТРЕБОВАНИЯ К СРЕДСТВАМ ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫМ УСТРОЙСТВАМ, МАТЕРИАЛАМ И РЕАКТИВАМ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений (СИ), вспомогательные устройства, материалы и реактивы:

[1] методика условно разделена на две стадии – отбора аналитической пробы и аналитическую стадию

[2] значение показателя воспроизводимости аналитической стадии методики установлено на основе результатов межлабораторного эксперимента при первичной аттестации методики, свидетельство об аттестации № 224.0201/01.00258/2010

4.1 Средства измерений

Спектрометр эмиссионный с индуктивно-связанной плазмой серии iCAP 6000 (модель iCAP 6300 Duo), фирма «Thermo Electron Corporation», США, оптический диапазон 166-847 нм, относительное СКО случайной составляющей погрешности спектрометра ±1%, номер в Государственном реестре СИ, допущенных к применению в РФ (далее Государственный реестр) № 13987-06.

Весы лабораторные специального класса точности, ГОСТ Р 53228-2008, с пределом взвешивания (0,00001-210) г.

Аспиратор типа ПУ-3Э/12/220, ГОСТ Р 51945-2002, ТУ 4215-000-11696625-2003, расход воздуха (40-200) $дм^3$/мин, предел основной относительной погрешности измерения объема пробы ± 10%, номер в Государственном реестре СИ № 14531-08.

Аспиратор типа ПУ-4Э/12/220, ГОСТ Р 51945-2002, ТУ 4215-000-11696625-2003, расход воздуха (0,2-20) $дм^3$/мин, погрешность задания расхода ± 5%, номер в Государственном реестре СИ № 14531-08.

Ротаметры для измерения расхода воздуха модель М 679, ТУ 64-1-0801-256-80, ротаметр 1 - расход воздуха 0,2 - 1 $дм^3$/мин, основная допускаемая приведенная погрешность ± 7%, ротаметр 20 - расход воздуха 1 – 20 $дм^3$/мин, основная допускаемая приведенная погрешность ± 5%, номер в Государственном реестре СИ № 8684-82.

Барометр-анероид М-67, диапазон измерений (610-790) мм.рт.ст., предел допускаемой погрешности ± 0,8 мм.рт.ст, номер в Государственном реестре СИ № 3744-73.

Секундомер механический типа СОПпр, ТУ 25-1894.003-90, диапазон измерений (0-60) мин, допускаемая погрешность ± 1,6 с, номер в Государственном реестре СИ № 11519-06.

Термометр контактный ТК-5.06, ТУ 4211-028-42290839-2004, диапазон измерений от минус 40°С до 600°С, относительная погрешность ± 0,5+ед.мл. разр., номер в Государственном реестре СИ № 41002-09.

Термометр стеклянный, ГОСТ 29224-91, диапазон измерений от минус 30°С до 50°С, номер в Государственном реестре СИ № 16832-97.

Манометр дифференциальный цифровой ДМЦ-01М, ТУ 4212-002-40001819-98, диапазон измерений (0-2000) Па, основная приведенная погрешность измерения ± 1%, номер в Государственном реестре СИ № 15594-06.

Трубки напорные типа НИИОГАЗ, ПИТО, ТУ 4213-003-40001819-01, номер в Государственном реестре СИ № 21099-06.

Рулетка измерительная металлическая, ГОСТ 7502-98.

Штангенциркуль ШЦ-1, ГОСТ 166-89, диапазон измерений (0-140) мм, предел допускаемой погрешности ± 0,1мм, класс точности 2, номер в Государственном реестре СИ № 22088-07.

Тягомер типа ДТмМП, ГОСТ 2405-88, ТУ 25-02-110580-74, диапазон измерений (0-40) кПа, класс точности 2,5, предел допускаемой основной погрешности ± 2,5%, номер в Государственном реестре СИ № 20685-00.

Измеритель параметров микроклимата Метеоскоп, ТУ 431110-002-18446736-06, атмосферное давление - диапазон измерений (80-110) кПа, предел допускаемой абсолютной погрешности ±0,13 кПа, относительная влажность - диапазон измерений (0-98)%, предел допускаемой абсолютной погрешности ± 3,0%, температура - диапазон измерений от минус 40°С до 85°С, предел допускаемой абсолютной погрешности ± 0,2°С, скорость воздушного потока - диапазон измерений (0,1-20) м/с, предел допускаемой основной

относительной погрешности ± (0,05+0,05 W) м/с, номер в Государственном реестре СИ № 32014-06.

Дозаторы пипеточные типа ДПА, ТУ 9452-003-33189998-2002, номер в Государственном реестре СИ № 24107-02.

Колба мерная 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2, 2-500-2, 2-1000-2, 2-2000-2, ГОСТ 1770 – 74.

Пипетки 1-2-1-1; 1-2-1-2, 1-2-1-5; 1-2-1-10; 1-2-1-25, ГОСТ 29227 – 91.

Цилиндр мерный 1-20-2, 1-50-2, 1-500-2, ГОСТ 1770 – 74.

4.2 Вспомогательные устройства

Прибор получения воды для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501-2005 (типа деионизатор Д-301, прибор Водолей).

Система для подготовки проб к анализу типа:

- микроволновая лабораторная система типа MARS, с температурой нагрева камеры до 210°С.

- лабораторная система HotBlock для кислотного разложения проб в закрытых пробирках.

- плита нагревательная, ГОСТ 14919-83.

Электрошкаф сушильный типа СНОЛ, ТУ 16-531-299-78.

Пробоотборная трубка с патронами и набором наконечников, ГОСТ 33007-2014.

Фильтродержатели для фильтров АФА типа ИРА, ТУ 95 1021-82.

Пинцет с плоскими губками для деликатных применений, ГОСТ 21241-89.

Полипропиленовые пробирки, вместимостью 50 $см^3$, с закручивающимися крышками (для лабораторной системы HotBlock).

Автоклавы закрытого типа, типа НР-500, с вкладышами из фторполимерных материалов, вместимостью 50, 100 $см^3$ (для микроволновой системы).

Эксикатор, ГОСТ 25336-82.

Стакан В-1-100 ТХС, ГОСТ 25336-82.

Емкости полиэтиленовые и полипропиленовые для хранения реактивов и градуировочных смесей вместимостью 50, 100 $см^3$.

Холодильник.

4.3 Материалы

Фильтры аналитические аэрозольные АФА-ВП, АФА-ХА, АФА-ХП, ТУ 951892-89.

Фильтры бумажные обеззоленные, синяя лента ТУ 6-09-1678 – 86.

Волокно фторин, ТУ 8397-012-59527197-2008.

Фторопластовая стружка (ширина 0,5мм, толщина 0,1 мм) из фторопласта марки Ф-4, ТУ 6-05-810-88.

Стекловолокно, ГОСТ 19907-83.

Трубки резиновые технические, ГОСТ 5496-78.

Трубки силиконовые, ТУ 2534-022-00152106-00.

Универсальная индикаторная бумага, ТУ 6-09-1181-89.

4.4 Реактивы и государственные стандартные образцы

Кислота азотная, осч., ГОСТ 11125-84.

Кислота соляная, х.ч., ГОСТ 3118 – 77.

Кислота фтористоводородная, х.ч., ГОСТ 10484-78.

Натрий углекислый, 10-водный, х.ч., ГОСТ 84-76.

Скандий кристаллический металлический, ТУ 48-4-483-87, марка СкМ-1 с массовой долей основного вещества 99,99%.

Аргон газообразный высокой чистоты, ГОСТ 9293-74, ТУ 6-21-12-94.

Силикагель, ГОСТ 3956 – 76.

Вода для лабораторного анализа, степень чистоты 2, ГОСТ Р 52501-2005 (далее вода, п.4.4).

Государственные стандартные образцы (ГСО) состава раствора ионов бериллия, селена, бария, ртути, никеля, кадмия, кобальта, теллура, ванадия, свинца, мышьяка, хрома, меди, висмута, серебра, марганца, сурьмы, олова, галлия, молибдена, лития, цинка, алюминия, железа, титана, вольфрама, магния, кремния или их смеси в азотной кислоте в соответствии с Приложением А, с аттестованными значениями массовой концентрации ионов металлов согласно паспорту на ГСО, относительной погрешностью аттестованных значений не более 2 %.

Примечания

1 Допускают использование других средств измерений утвержденных типов и вспомогательных устройств, с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных. Допускают использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативной документации, в том числе импортных.

2. Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении измерений следует соблюдать следующие требования безопасности:

5.1 Требования безопасности при работе с вредными веществами по ГОСТ 12.1.007-76.

5.2 Требования безопасности при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

5.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5.4 Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Допустимые содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должны превышать ПДК, установленные в ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны. Гигиенические нормативы».

5.5 Исполнители должны быть обучены правилам безопасности труда согласно ГОСТ 12.0.004-90.

5.6 Исполнители должны быть проинструктированы о мерах безопасности согласно инструкциям, прилагаемым к приборам и используемым при отборе проб и выполнении измерений.

5.7 При отборе проб следует соблюдать общие правила безопасности, установленные для предприятий и организаций соответствующей отрасли.

5.8 Утилизацию растворов и проб после выполнения измерений проводят в соответствии с нормативным документом по утилизации растворов и проб, разработанным в организации.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

К выполнению измерений допускают специалистов с высшим или средним специальным химическим образованием, имеющих опыт работы в химической лаборатории. Специалисты должны пройти соответствующий инструктаж, освоить метод в процессе стажировки и получить удовлетворительные результаты при выполнении процедур оперативного контроля погрешности.

Отбор и подготовку проб может осуществлять лаборант или техник, владеющий техникой проведения работ в области аналитической химии и техникой отбора проб воздушных объектов.

7 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

Температура воздуха	(20±5) °С
Атмосферное давление	(84,0-106,7) кПа (630-800 мм.рт.ст)
Влажность воздуха	не более 80 % при температуре 25 °С
Напряжение в сети	(220±10) В
Частота переменного тока	(50 ± 1) Гц

7.2 При выполнении измерений соблюдают следующие условия спектрального анализа:

7.2.1 Длины волн аналитических линий определяемых компонентов, рекомендуемые для проведения измерений, приведены в таблице 4.

Таблица 4 – Длины волн аналитических линий определяемых компонентов, рекомендуемые для проведения измерений

Определяемый компонент	Длина волны аналитической линии, нм	Определяемый компонент	Длина волны аналитической линии, нм
Бериллий	313,107	Серебро	328,068
Селен	196,060	Марганец	257,610
Барий	455,403	Сурьма	217,581
Ртуть	184,950	Олово	189,989
Никель	231,604	Галлий	294,364
Кадмий	226,502	Молибден	202,030
Кобальт	228,616	Литий	670,784
Теллур	214,275	Цинк	213,856
Ванадий	292,402	Алюминий	396,152
Свинец	220,353	Железо	259,940
Мышьяк	189,042	Титан	334,941
Хром	267,716	Вольфрам	239,709
Медь	324,754	Магний	285,213
Висмут	223,061	Кремний	251,611
Скандий	188,060 361,384		

7.2.2 Аналитические линии элементов, для которых эти линии являются линиями внутреннего стандарта, приведены в таблице 5.

Таблица 5 – Соответствие аналитических линий определяемых элементов аналитическим линиям внутреннего стандарта

Аналитические линии внутреннего стандарта скандия	Аналитические линии элементов
Аналитические линии с линией внутреннего стандарта Sc 188,060 нм	As 189,042 нм, Bi 223,061 нм, Cd 226,502 нм, Co 228,616 нм, Hg 184,950 нм, Mo 202,030 нм, Ni 231,604 нм, Pb 220,353 нм, Se 196,060 нм, Sb 217,581 нм, Sn 189,989 нм, Te 214,275 нм, Zn 213,856 нм
Аналитические линии с линией внутреннего стандарта Sc 361,384 нм	Ag 328,068 нм, Al 396,152 нм, Ba 455,403 нм, Be 313,107 нм, Cr 267,716 нм, Cu 324,754 нм, Fe 259,940 нм, Ga 294,364 нм, Li 670,784 нм, Mg 285,213 нм, Mn 257,610 нм, Si 251,611 нм, Ti 334,941 нм, V 292,402 нм, W 239,709 нм

7.2.3 Для выполнения измерений устанавливают следующие условия измерений и параметры источника ИСП на спектрометре:

Число аналитических сигналов	2
Наблюдение плазмы	Аксиальное
Время промывки до анализа, с	30
Время интегрирования детектора:	
- в диапазоне коротких волн, первая щель, с	25
- в диапазоне длинных волн, вторая щель, с	25
Распылитель	Sea Spray (универсальный концентрический)
Распыляющий поток	Давление 0,21 мПа или расход 0,7дм^3/мин
Вспомогательный поток газа, дм^3/мин	0,5
Охлаждающий поток газа, дм^3/мин	12
Мощность, подводимая к плазме, Вт	1150

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

8.1 Подготовка посуды

Всю используемую посуду промывают раствором азотной кислоты, приготовленной в соответствии с п. 8.2.4, затем ополаскивают пять-шесть раз водой (п. 4.4). Не допускается обрабатывать посуду смесями, содержащими хром.

8.2 Приготовление растворов

Растворы готовят в вытяжном шкафу.

8.2.1 Приготовление раствора соляной кислоты (1:1)

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 вносят 25-30 см^3 воды (п. 4.4), приливают 50 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Срок хранения не более шести месяцев.

8.2.2 Приготовление раствора соляной кислоты (1:5)

В мерную колбу вместимостью 500 см^3 вносят 150-200 см^3 воды (п. 4.4), приливают 100 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Срок хранения раствора не более шести месяцев.

8.2.3 Приготовление раствора соляной кислоты (1:100)

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 50-80 $см^3$ воды (п. 4.4), приливают 1,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доводят до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Срок хранения не более шести месяцев.

8.2.4 Приготовление раствора азотной кислоты (1:10)

В мерную колбу вместимостью 500 $см^3$ вносят 150-200 $см^3$ воды (п. 4.4), приливают 50 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, доводят до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Срок хранения раствора не более шести месяцев.

8.2.5 Приготовление раствора натрия углекислого с молярной концентрацией 1,0 моль/$дм^3$

В мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$ растворяют в 200-300 $см^3$ воды (п. 4.4) навеску 106 г натрия углекислого (Na_2CO_3), предварительно высушенного в сушильном шкафу при температуре (250 ± 10) °С в течение четырех часов, перемешивают до полного растворения соли, доводят объем содержимого в колбе до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Срок хранения раствора в емкости из полимерного материала при температуре от 2°С до 10°С не более шести месяцев.

8.2.6 Приготовление раствора фтористоводородной кислоты (1:25)

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 50-80 $см^3$ воды (п. 4.4), приливают 4,0 $см^3$ концентрированной фтористоводородной кислоты, доводят до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Срок хранения в емкости из полимерного материала не более трех месяцев.

8.3 Приготовление градуировочных растворов

8.3.1 Приготовление основных градуировочных растворов определяемых компонентов

8.3.1.1 Приготовление основного градуировочного раствора определяемых компонентов (алюминия, висмута, кадмия, кобальта, хрома, меди, железа, галлия, магния, марганца, никеля, титана, ванадия, цинка) с массовой концентрацией 50 мкг/$см^3$

Основной градуировочный раствор определяемых компонентов (алюминия, висмута, кадмия, кобальта, хрома, меди, железа, галлия, магния, марганца, никеля, титана, ванадия, цинка) готовят из соответствующих государственных стандартных образцов состава раствора ионов металлов (согласно Приложению А) в соответствии с инструкцией по применению ГСО. Вскрывают ампулы ГСО состава раствора ионов металлов с массовой концентрацией 1,0 мг/$см^3$, отбирают из ампул по 5,0 $см^3$ раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, добавляют 5,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доводят до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Полученный основной градуировочный раствор содержит 50 мкг/$см^3$ каждого металла. Срок хранения основного градуировочного раствора три месяца при температуре от 2°С до 10°С.

8.3.1.2 Приготовление основного градуировочного раствора лития с массовой концентрацией 10 мкг/$см^3$

Основной градуировочный раствор лития готовят из государственного стандартного образца состава раствора ионов ртути в соответствии с инструкцией по применению ГСО. Вскрывают ампулу ГСО состава раствора ионов лития с массовой концентрацией 1,0 мг/$см^3$. Отбирают из ампулы 1,0 $см^3$ раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и добавляют 5,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, доводят до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Полученный основной градуировочный раствор содержит 10 мкг/$см^3$ лития.

Срок хранения основного градуировочного раствора три месяца при температуре от 2°С до 10°С.

8.3.1.3 Приготовление основного градуировочного раствора определяемых компонентов (молибдена, свинца, сурьмы, селена, олова, теллура, вольфрама) с массовой концентрацией (каждого компонента) 50 мкг/см^3

Основной градуировочный раствор определяемых компонентов (молибдена, свинца, сурьмы, селена, олова, теллура, вольфрама) готовят из соответствующих государственных стандартных образцов состава раствора ионов металлов (согласно Приложения А) в соответствии с инструкцией по применению ГСО. Вскрывают ампулы ГСО состава раствора ионов металлов с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3, отбирают из ампул по 5,0 см^3 растворов, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5,0 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Полученный основной градуировочный раствор содержит 50 мкг/см^3 каждого металла. Срок хранения основного градуировочного раствора три месяца при температуре от 2°С до 10°С.

8.3.1.4 Приготовление основного градуировочного раствора определяемых компонентов (мышьяка, серебра, бария, бериллия) с массовой концентрацией (каждого компонента) 10 мкг/см^3

Основной градуировочный раствор определяемых компонентов (мышьяка, серебра, бария, бериллия) готовят из соответствующих государственных стандартных образцов состава раствора ионов металлов (согласно Приложения А) в соответствии с инструкцией по применению ГСО. Вскрывают ампулы ГСО состава раствора ионов металлов с массовой концентрацией 0,1 мг/см^3, отбирают из ампул по 5,0 см^3 растворов, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 5,0 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Полученный основной градуировочный раствор содержит 10 мкг/см^3 каждого металла. Срок хранения основного градуировочного раствора три месяца при температуре от 2°С до 10°С.

8.3.1.5. Приготовление основного градуировочного раствора кремния с массовой концентрацией 100 мкг/см^3

Основной градуировочный раствор кремния готовят из государственного стандартного образца состава раствора ионов кремния в соответствии с инструкцией по применению ГСО. Вскрывают ампулу ГСО состава раствора ионов кремния с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3. Отбирают из ампулы 5,0 см^3 раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 20-25 см^3 воды (п. 4.4), перемешивают, добавляют 2,5 см^3 концентрированной соляной кислоты и доводят до метки водой (п. 4.4). Раствор перемешивают и переливают в ёмкость из полимерного материала. Полученный основной градуировочный раствор содержит 100 мкг/см^3 кремния. Срок хранения основного градуировочного раствора три месяца при температуре от 2°С до 10°С.

8.3.1.6. Приготовление основного градуировочного раствора ртути с массовой концентрацией 10 мкг/см^3

Основной градуировочный раствор ртути готовят из государственного стандартного образца состава раствора ионов ртути в соответствии с инструкцией по применению ГСО. Вскрывают ампулу ГСО состава раствора ионов ртути с массовой концентрацией 1,0 мг/см^3. Отбирают из ампулы 1,0 см^3 раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и

доводят до метки раствором азотной кислоты (1:10), приготовленным в соответствии с п. 8.2.4. Раствор перемешивают. Полученный основной градуировочный раствор содержит 10 мкг/см^3 ртути. Немедленно после приготовления основного раствора готовят рабочий градуировочный раствор ртути в соответствии с п. 8.3.2.8 и п. 8.3.2.9.

8.3.2 Приготовление рабочих градуировочных растворов определяемых компонентов

Рабочие градуировочные растворы элементов готовят из основных градуировочных растворов, приготовленных в соответствии с п. 8.3.1.

8.3.2.1 Приготовление рабочего градуировочного раствора определяемых компонентов (алюминия, висмута, кадмия, кобальта, хрома, меди, железа, галлия, магния, марганца, никеля, титана, ванадия, цинка) с массовой концентрацией (каждого компонента) 0,5 мкг/см^3

1,0 см^3 основного градуировочного раствора, приготовленного в соответствии с п.8.3.1.1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5,0 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят объем содержимого колбы до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Полученный рабочий градуировочный раствор содержит 0,5 мкг/см^3 каждого определяемого компонента. Срок хранения раствора одна неделя при температуре от 2°С до 10°С.

8.3.2.2 Приготовление рабочего градуировочного раствора лития с массовой концентрацией 1,0 мкг/см^3

10 см^3 основного градуировочного раствора, приготовленного в соответствии с п.8.3.1.2, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5,0 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят объем содержимого колбы до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Полученный рабочий градуировочный раствор содержит 1,0 мкг/см^3 лития. Срок хранения раствора одна неделя при температуре от 2°С до 10°С.

8.3.2.3 Приготовление рабочего градуировочного раствора определяемых компонентов (молибдена, свинца, сурьмы, селена, олова, теллура, вольфрама) с массовой концентрацией (каждого компонента) 5,0 мкг/см^3

10 см^3 основного градуировочного раствора, приготовленного в соответствии с п.8.3.1.3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5,0 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят объем содержимого колбы до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Полученный рабочий градуировочный раствор содержит 5,0 мкг/см^3 каждого определяемого компонента Срок хранения раствора одна неделя при температуре от 2°С до 10°С.

8.3.2.4 Приготовление рабочего градуировочного раствора определяемых компонентов (молибдена, свинца, сурьмы, селена, олова, теллура, вольфрама) с массовой концентрацией (каждого компонента) 0,5 мкг/см^3

1,0 см^3 основного градуировочного раствора, приготовленного в соответствии с п.8.3.1.3, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5,0 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят объем содержимого колбы до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Полученный рабочий градуировочный раствор содержит 0,5 мкг/см^3 каждого определяемого компонента Срок хранения раствора одна неделя при температуре от 2°С до 10°С.

8.3.2.5 Приготовление рабочего градуировочного раствора определяемых компонентов (мышьяка, серебра, бария, бериллия) с массовой концентрацией (каждого компонента) 2,0 мкг/см^3

10 см^3 основного градуировочного раствора, приготовленного в соответствии с п.8.3.1.4, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 5,0 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят объем содержимого колбы до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Полученный рабочий градуировочный раствор содержит 2,0 мкг/см^3 каждого определяемого компонента. Срок хранения раствора одна неделя при температуре от 2°С до 10°С.

8.3.2.6 Приготовление рабочего градуировочного раствора определяемых компонентов (мышьяка, серебра, бария, бериллия) с массовой концентрацией (каждого компонента) 0,5 мкг/см^3

5,0 см^3 основного градуировочного раствора, приготовленного в соответствии с п. 8.3.1.4, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют 5,0 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят объем содержимого колбы до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Полученный рабочий градуировочный раствор содержит 0,5 мкг/см^3 каждого определяемого компонента. Срок хранения раствора одна неделя при температуре от 2°С до 10°С.

8.3.2.7 Приготовление рабочего градуировочного раствора кремния с массовой концентрацией 1,0 мкг/см^3

1,0 см^3 основного градуировочного раствора кремния, приготовленного в соответствии с п. 8.3.1.5, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 добавляют 5,0 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят объем содержимого колбы до метки водой (п. 4.4), перемешивают и переливают в ёмкость из полимерного материала. Полученный рабочий градуировочный раствор содержит 1,0 мкг/см^3 кремния. Срок хранения раствора одна неделя при температуре от 2°С до 10°С.

8.3.2.8 Приготовление рабочего градуировочного раствора ртути с массовой концентрацией 1,0 мкг/см^3

10 см^3 основного градуировочного раствора ртути, приготовленного в соответствии с п. 8.3.1.6, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5), приготовленным в соответствии с п. 8.2.2, и перемешивают. Полученный рабочий градуировочный раствор содержит 1,0 мкг/см^3 ртути. Срок хранения раствора три месяца при температуре от 2°С до 10°С.

8.3.2.9 Приготовление рабочего градуировочного раствора ртути с массовой концентрацией 0,5 мкг/см^3

5,0 см^3 основного градуировочного раствора ртути, приготовленного в соответствии с п. 8.3.1.6, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки раствором соляной кислоты (1:5), приготовленным в соответствии с п. 8.2.2, и перемешивают. Полученный рабочий градуировочный раствор содержит 0,5 мкг/см^3 ртути. Срок хранения раствора три месяца при температуре от 2°С до 10°С.

8.3.2.10 Приготовление раствора скандия с массовой концентрацией 25 мкг/см^3 (внутренний стандарт)

Навеску скандия 0,0500 г растворяют в 10 см^3 концентрированной соляной кислоты при слабом нагревании. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 2000 см^3, добавляют 50 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят до метки водой (п. 4.4) и

перемешивают. Хранят в стеклянной емкости со шлифом. Срок хранения раствора один год при температуре от 2°С до 10°С.

8.3.2.11 Приготовление холостого раствора для градуировки

В мерную колбу вместимостью 100 см^3 добавляют 25-30 см^3 воды (п. 4.4), 4,0 см^3 раствора скандия с массовой концентрацией 25 мкг/см^3, приготовленного в соответствии с п. 8.3.2.5, 5 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят объем содержимого колбы до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Раствор хранят в ёмкости из полимерного материала одну неделю при температуре от 2°С до 10°С.

8.3.3 Приготовление серии градуировочных растворов

Для приготовления серии градуировочных растворов в мерные колбы вместимостью 100 см^3 отбирают аликвоты основных или рабочих градуировочных растворов в соответствии с таблицей 6, добавляют по 4,0 см^3 раствора скандия с массовой концентрацией 25 мкг/см^3, приготовленного в соответствии с п. 8.3.2.10, по 5,0 см^3 концентрированной соляной кислоты, доводят объем содержимого колб до метки водой (п. 4.4), перемешивают и переливают в ёмкости из полимерного материала. Растворы готовят в день использования.

Таблица 6 – Приготовление серии градуировочных растворов

Определяемые компоненты	Массовая концентрация компонентов в основном или рабочем градуировочном растворе, мкг/см^3	Объем аликвоты основного или рабочего градуировочного раствора, см^3	Объем мерной колбы, см^3	Массовая концентрация компонентов в полученных градуировочных растворах, мкг/см^3
	1-ый градуировочный график			
Al, Bi, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, Mg, Mn, Ni, Ti, V, Zn	0,5	0,2	100	0,001
	0,5	2,0	100	0,01
	50,0	10,0	100	0,50
	2-ой градуировочный график			
	50,0	2,0	100	1,0
	50,0	10,0	100	5,0
	50,0	20,0	100	10,0
Li	1,0	1,0	100	0,01
	10	1,0	100	0,10
	10	8,0	100	0,80
Pb, Sb, Se, Sn, Te, Mo, W,	1-ый градуировочный график			
	0,5	0,2	100	0,003
	0,5	2,0	100	0,01
	5,0	2,0	100	0,10
	2-ой градуировочный график			
	50,0	2,0	100	1,0
	50,0	10,0	100	5,0
	50,0	20,0	100	10,0

Продолжение таблицы 6

As, Ag, Be, Ba	1-ый градуировочный график			
	0,5	0,2	100	0,001
	0,5	2,0	100	0,01
	2,0	2,0	100	0,04
	2-ой градуировочный график			
	10,0	5,0	100	0,5
	10,0	10,0	100	1,0
	10,0	20,0	100	2,0
Hg	0,5	0,2	100	0,001
	1,0	5,0	100	0,05
	1,0	10,0	100	0,10
Si	1-ый градуировочный график			
	1,0	1,0	100	0,01
	1,0	10	100	0,10
	100	0,5	100	0,50
	2-ой градуировочный график			
	100	1,0	100	1,0
	100	5,0	100	5,0
	100	10,0	100	10,0

8.4 Подготовка спектрометра

Подготовку спектрометра к работе проводят в соответствии с Руководством по эксплуатации.

После установки рабочих параметров в соответствии с п. 7.2 и поджига плазмы прибор выдерживается во включенном состоянии в течение 10-15 минут с целью стабилизации режима работы.

8.5 Построение градуировочного графика

8.5.1 При построении градуировочных графиков для определяемых компонентов измеряют не менее двух раз аналитический сигнал холостого раствора, приготовленного в соответствии с п. 8.3.2.11, и не менее двух раз аналитический сигнал градуировочных растворов, приготовленных в соответствии с таблицей 6, в порядке возрастания массовых концентраций определяемых компонентов. Проверка приемлемости аналитических сигналов проводится с использованием стандартного программного обеспечения, входящего в комплект прибора. Относительное стандартное отклонение аналитических сигналов не должно превышать ± 5 %. Значения аналитических сигналов по каждому раствору усредняют.

Градуировочную характеристику для каждого определяемого компонента аппроксимируют уравнением вида:

$$I_j / I_{Sc} = A + B \cdot C_j \qquad (1)$$

где A, B - коэффициенты регрессии для j-го определяемого компонента, определяемые методом наименьших квадратов;

I_j - интенсивность спектральной линии j- го определяемого компонента;

I_{Sc} - интенсивность линии внутреннего стандарта;

C_j - массовая концентрация j-го компонента в растворе, мкг/см^3.

По полученным данным строят градуировочный график зависимости аналитического сигнала – отношения интенсивностей излучения определяемого компонента и внутреннего стандарта I_j / I_{Sc}, (импульс/секунда) от массовой концентрации компонента в растворе C_j (мкг/см^3).

Градуировочный график должен быть линейным. Проверку линейности следует проводить по действующим нормативным документам, регламентирующим установление градуировочных характеристик средств измерений (в соответствии с РМГ 54-2002 «Характеристики градуировочные средств измерений состава и свойств веществ и материалов»).

Построение градуировочных графиков, обработка и хранение результатов градуировки проводится с использованием стандартного программного обеспечения, входящего в комплект прибора.

Построение градуировочных графиков проводят непосредственно в день выполнения анализа.

8.5.2 Контроль стабильности градуировочных характеристик проводят не реже одного раза в квартал. Средствами контроля являются образцы для градуировки (не менее двух градуировочных растворов из диапазона градуировочного графика для каждого определяемого компонента).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого градуировочного образца следующего условия:

$$\left| C_к - C_{гр} \right| \leq K_{гр.}, \qquad (2)$$

где $C_к$ – результат контрольного измерения массовой концентрации определяемого компонента в образце для градуировки, мкг/см^3;

$C_{гр}$ – аттестованное значение массовой концентрации определяемого компонента в образце для градуировки, мкг/см^3;

$K_{гр}$ - норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг/см^3 .

$$K_{гр} = 0{,}01 \cdot \delta_{гр} \cdot C_{гр}, \qquad (3)$$

где $\delta_{гр}$ - относительная погрешность построения градуировочного графика, равная 15%.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубый промах.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины и повторяют контроль с использованием других образцов, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

8.6 Подготовка проб

Подготовка проб к выполнению измерений может проводиться с применением следующего оборудования:

– лабораторной системы HotBlock для кислотного разложения проб в закрытых пробирках;

– микроволновой лабораторной системы типа MARS;

– нагревательной платформы (для всех определяемых компонентов, кроме ртути и кремния).

8.6.1 Подготовка проб с применением лабораторной системы HotBlock для кислотного разложения проб в закрытых пробирках

Порядок подготовки к работе и порядок работы с системой HotBlock в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

В полипропиленовую пробирку помещают аэрозольный фильтр (фильтрующий материал) с отобранной пробой, добавляют 1,0 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, 1,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, 0,1 $см^3$ раствора фтористоводородной кислоты 1:25, приготовленного в соответствии с п. 8.2.6. Пробирку закрывают плотно крышкой и выдерживают в системе HotBlock при температуре около 80° С в течение 2 часов. Затем пробирку вынимают из системы, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 1,0 $см^3$ раствора скандия с массовой концентрацией 25 $мкг/см^3$, приготовленного в соответствии с п. 8.3.2.10, и доводят водой (п. 4.4) до метки на пробирке 25 $см^3$, раствор перемешивают. Аналогично через всю процедуру подготовки проводят контрольный (холостой) фильтр (патрон).

8.6.2 Подготовка проб с применением микроволновой лабораторной системы типа MARS

Порядок подготовки к работе и порядок работы с системой микроволновой печи в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

Во вкладыш автоклава микроволновой системы помещают аэрозольный фильтр (фильтрующий материал) с отобранной пробой, добавляют 1,0 $см^3$ концентрированной азотной кислоты, 1,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты, 0,1 $см^3$ раствора фтористоводородной кислоты 1:25, приготовленного в соответствии с п. 8.2.6, через 15 минут закрывают вкладыш крышкой и устанавливают в автоклав. Помещают автоклав в собранный в соответствии с Инструкцией по эксплуатации поворотный столик и устанавливают столик в печь. Проводят микроволновое разложение проб при температуре 120°С в течение 15 минут, охлаждают автоклавы до комнатной температуры, добавляют в пробу 1,0 $см^3$ внутреннего стандарта скандия с массовой концентрацией 25 $мкг/см^3$, приготовленного в соответствии п. 8.3.2.5, и 24 $см^3$ воды (п. 4.4), раствор перемешивают. Аналогично через всю процедуру подготовки проводят контрольный (холостой) фильтр (патрон).

8.6.3 Подготовка проб с применением нагревательной платформы (для всех определяемых компонентов, кроме ртути и кремния)

В стакан вместимостью 50 $см^3$ помещают аэрозольный фильтр (фильтрующий материал) с отобранной пробой, добавляют 5,0 $см^3$ концентрированной азотной кислоты. Раствор упаривают до влажных солей, охлаждают и добавляют 5,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты. Раствор упаривают ориентировочно до объема 1 $см^3$, охлаждают, затем добавляют 1,0 $см^3$ внутреннего стандарта скандия с массовой концентрацией 25 $мкг/см^3$, приготовленного в соответствии с п. 8.3.2.5, и 24 $см^3$ воды (п. 4.4), раствор перемешивают. Аналогично через всю процедуру подготовки проводят контрольный (холостой) фильтр (патрон).

9 ТРЕБОВАНИЯ К ОТБОРУ ПРОБ

9.1 Отбор проб атмосферного воздуха

Отбор проб атмосферного воздуха проводят в соответствии с требованиями:

- РД 52.04.186-89 «Руководство по контролю загрязнения атмосферы»;
- ГОСТ 17.2.3.01-86 «Атмосфера. Правила контроля качества воздуха населенных пунктов. Общие технические требования».

Условия отбора проб определяются условиями эксплуатации применяемого оборудования.

9.1.1 Подготовка аэрозольных фильтров

При подготовке к отбору проб отделить с помощью пинцета фильтрующий элемент от бумажной прокладки, удерживая пинцетом, смочить его в растворе натрия углекислого, приготовленного в соответствии с п. 8.2.5, и высушить естественным способом, выложив на лист фильтровальной бумаги. Вложить фильтрующий элемент с помощью пинцета в защитное бумажное кольцо так, чтобы его края не выступали за пределы кольца. Поместить собранный фильтр в отдельный бумажный пакет (можно из кальки) и на выступе бумажного кольца каждый фильтр маркировать уникальным способом. Параллельно приготовить контрольный (холостой) фильтр. На месте отбора, при транспортировании и хранении с холостым фильтром обращаются так же, как с рабочим фильтром, за исключением самого процесса отбора проб (через холостой фильтр не прокачивают воздух).

9.1.2 Отбор проб

Извлечь из пакета фильтр за выступ защитного бумажного кольца, вставить фильтр с защитным кольцом в фильтродержатель. Отбор проб осуществляется на высоте 1,5 метра от поверхности земли, фильтродержатель должен быть ориентирован навстречу ветровому потоку.

Для определения разовых концентраций при предполагаемом содержании определяемого компонента в атмосферном воздухе до 0,001 мг/м^3 воздух аспирируют в течение 20 минут через фильтр с расходом 100 дм^3/мин, при предполагаемом содержании определяемого компонента *в атмосферном воздухе свыше 0,001 мг/м^3 воздух аспирируют в* течение 20 минут через фильтр с расходом 50 дм^3/мин.

Для определения среднесуточных концентраций отбор проб проводят в соответствии с РД 52.04.186-89.

В течение всего времени отбора необходимо поддерживать постоянным объемный расход воздуха.

Одновременно с отбором проб воздуха определяют следующие метеорологические параметры: температуру, атмосферное давление (п.4.4.3 РД 52.04.186-89).

После окончания отбора фильтр вынимают из фильтродержателя, складывают рабочей поверхностью внутрь, помещают в бумажный пакет, герметично упаковывают и доставляют в лабораторию на анализ. При выполнении всех этих операций тщательно следят за тем, чтобы на фильтрующий элемент не попадали посторонние загрязнения и чтобы не допускались потери уловленных частиц. Отобранные пробы устойчивы в течение месяца.

9.2 Отбор проб воздуха рабочей зоны

Отбор проб воздуха рабочей зоны проводят в соответствии с требованиями:

- ГОСТ 12.1.005-88 «Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны»;

- 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».

Условия отбора проб определяются условиями эксплуатации применяемого оборудования.

9.2.1 Подготовка аэрозольных фильтров

Подготовку аэрозольных фильтров проводят в соответствии с п. 9.1.1. настоящей методики.

9.2.2 Отбор проб

Извлечь из пакета фильтр за выступ защитного бумажного кольца, вставить фильтр с защитным кольцом в фильтродержатель. Отбор проб на рабочих местах необходимо проводить в зоне дыхания работника при характерных производственных условиях или, в случае невозможности такого отбора, с максимальным приближением к ней фильтродержателя (на высоте 1,5 м от пола при работе стоя и 1,0 м - при работе сидя). Если рабочее место не фиксировано, отбор проб проводят в точках рабочей зоны, в которых работающий находится более 50 % смены.

Отбор проб осуществляется с объемным расходом 10-15 дм^3/мин, продолжительность отбора одной пробы не менее 15 минут.

В течение смены и (или) на отдельных этапах технологического процесса в одной точке должно быть последовательно отобрано не менее трех проб.

Для приведения объема аспирируемого воздуха к нормальным условиям в точках отбора одновременно с отбором проб проводят измерение температуры воздуха и атмосферного давления.

После окончания отбора фильтр вынимают из фильтродержателя, складывают рабочей поверхностью внутрь, помещают в бумажный пакет, герметично упаковывают и доставляют в лабораторию на анализ. При выполнении всех этих операций тщательно следят за тем, чтобы на фильтрующий элемент не попадали посторонние загрязнения и чтобы не допускались потери уловленных частиц. Отобранные пробы устойчивы в течение месяца.

9.3 Отбор проб промышленных выбросов

Отбор проб промышленных выбросов проводят в соответствии с требованиями:

- ГОСТ 17.2.4.06-90 «Охрана природы. Атмосфера. Методы определения скорости и расхода газопылевых потоков, отходящих от стационарных источников загрязнения».

- ГОСТ 17.2.4.07-90 «Охрана природы. Атмосфера. Методы определения давления и температуры газопылевых потоков, отходящих от стационарных источников загрязнения»,

- ГОСТ 33007-2014 «Оборудование газоочистное и пылеулавливающее. Методы определения запыленности газопылевых потоков. Общие технические требования и методы контроля».

- «Руководство по измерению основных параметров и определению запыленности пылегазовых потоков на источниках выбросов загрязняющих веществ в атмосферу», ФГУП МНИИЭКО ТЭК, Пермь, 2002.

- ПНД Ф 12.1.2-99 «Методические рекомендации по отбору проб при определении концентрации взвешенных частиц (пыли) в выбросах промышленных предприятий».

Отбор проб по местоположению пылеуловителя (внутри или вне газохода) подразделяется на метод внутренней и внешней фильтрации. В зависимости от этого различаются конструкции пылеулавливающих устройств.

Внутренняя фильтрация - фильтрующие патроны, заполненные фильтрующим материалом (стекловолокно, фторопластовая стружка)

Внешняя фильтрация - фильтры типа АФА.

9.3.1 Оборудование точек отбора проб

Выбор измерительного сечения газохода и оборудование точек отбора выполняют с соблюдением условий и в соответствии с требованиями п. 2.1. ГОСТ 17.2.4.06-90.

Место для проведения измерений и отбора проб выбирают на прямом участке газохода, отдаленном от вентиляторов, дросселей, задвижек, сужений, расширений и поворотов газохода. Длина прямого участка должна составлять 8-10 наибольших линейных размеров поперечного сечения газохода, причем отрезок прямого участка газохода до измерительного сечения должен быть длиннее отрезка за измерительным сечением. Поток имеет ламинарный (установившийся) характер, если точки замера расположены на расстоянии 5-6 размеров газохода до места замера и 3-4 после. При отсутствии прямых участков необходимой длины допускается оборудовать точки измерений в месте, делящем выбранный участок газохода в соотношении 3:1 в направлении движения газа.

К проделанным в газоходе отверстиям привариваются штуцера длиной 20-30 мм и диаметром 40-50 мм. Штуцера закрываются крышками.

Все термодинамические параметры газового потока и отбор проб целесообразно измерять в одном и том же измерительном сечении газохода.

9.3.2 Подготовка пылеуловителей

Перед отбором проб следует подготовить фильтры, патроны и набивку соответствующим образом.

9.3.2.1 Подготовка аэрозольных фильтров

Подготовку аэрозольных фильтров проводят в соответствии с п. 9.1.1 настоящей методики.

9.3.2.2 Подготовка набивки пылеуловителей

В качестве пылеуловителя применяют фильтровальные патроны с объемной набивкой:

- из фторопластовой стружки и волокна фторин (при температуре отходящих газов не более 180°С);
- из непарафинированного стекловолокна (при температуре отходящих газов не более 350°С).

Фильтрующий материал подвергают предварительной очистке: необходимое количество материала для нескольких серий измерений помещают в термостойкий стакан, заливают содержимое раствором соляной кислоты (1:1) и кипятят в течение 5 минут. Затем раствор кислоты сливают и процедуру повторяют. После чего содержимое стакана промывают водой (п. 4.4) до нейтральной среды и переносят в стеклянные воронки с пористым фильтром. После того, как вода стечет, материал сушат в сушильном шкафу. Хранят подготовленный материал в эксикаторе.

На каждый фильтрующий патрон наносят порядковый номер. Чистые и сухие патроны заполняют фильтрующим материалом на высоту 30-40 мм и проверяют плотность набивки по величине аэродинамического сопротивления (в соответствии с ГОСТ 33007-2014 и п. 7.3 «Руководства по измерению основных параметров и определению запыленности газопылевых потоков на источниках выбросов загрязняющих веществ в атмосферу»).

Параллельно готовят контрольный (холостой) патрон. На месте отбора, при транспортировании и хранении с контрольным (холостым) патроном обращаются так же,

как с рабочими патронами, за исключением самого процесса отбора проб (через холостой патрон не прокачивают воздух).

9.3.3 Подготовка к отбору проб

Отбор проб необходимо осуществлять при фиксированном расходе газа, обеспечивающем условия изокинетичности (равенство скорости газа в данной точке газохода и скорости в устье пробоотборной трубки). Для этого перед проведением отбора проб предварительно определяют поле скоростей газа по измерительному сечению в соответствии с ГОСТ 17.2.4.06-90. Одновременно измеряют температуру газа в газоходе, избыточное давление (разрежение) газового потока, атмосферное давление воздуха, площадь измерительного сечения.

Требуемый объемный расход газа рассчитывают с учетом соблюдения условий изокинетичности (равенство скорости газа в данной точке газохода и скорости в устье заборного наконечника), которые обеспечиваются подбором сменных наконечников и с учетом предварительно измеренных разрежения и температуры газа у ротаметра (ГОСТ 33007-2014).

При отсутствии крупных частиц пыли (более 10 мкм) и равномерном распределении скоростей газа по измерительному сечению (скорость газа в каждой точке отличается от усредненной не более чем на 15%) отбор проб может проводиться в одной точке измерительного сечения (обычно в центре). В остальных случаях необходимо отбирать пробы в тех же точках, в которых определяют скорость газа.

9.3.4 Отбор проб

Собирают установку для отбора проб в соответствии с Приложением В. Перед отбором проб установка должна быть проверена на герметичность (включить побудитель расхода газа, установив по ротаметру расход 10 дм^3/мин, плотно закрыть входное отверстие пробоотборной трубки, если установка герметична, расход газа должен упасть до нуля).

Пробоотборную трубку (отсоединенную от системы) через штуцер вводят в газоход так, чтобы отверстие наконечника оказалось в нужной точке сечения и было направлено по движению газа. Трубку в штуцере герметизируют с помощью резиновой пробки или пластины. Выдерживают трубку для прогрева при температуре газохода 5-10 минут.

Не подсоединяя пробоотборную трубку к системе пробоотбора, включают побудитель расхода газа и устанавливают рассчитанный для данной точки расход газа. Подсоединяют пробоотборную трубку к системе пробоотбора, повернув отверстием наконечника навстречу потоку газа и одновременно включают секундомер.

Газовоздушную смесь аспирируют с рассчитанной в условиях соблюдения изокинетичности скоростью (оптимальной считается скорость отбора 10-15 дм^3/мин) в течение 20 минут.

В течение всего времени отбора пробы в данной точке необходимо поддерживать постоянный расход газа. Признаком необходимости смены патрона (фильтра) служит *увеличение сопротивления установки.*

Для приведения объема отобранного воздуха к нормальным условиям одновременно с отбором проб проводят измерение температуры, разрежения газа перед ротаметром и атмосферного давление.

Результаты всех измерений, произведенных в момент отбора проб, заносят в протокол отбора проб.

По окончании отбора проб, не выключая побудитель расхода газа (для исключения уноса пыли из патрона в газоход, если в газоходе разрежение), вынимают пробоотборную трубку из газохода, выключают секундомер, устанавливают трубку наконечником вверх (для исключения высыпания пыли), отключают побудитель расхода и осторожно достают фильтрующий патрон. Патроны с отобранной пробой помещают в специальные контейнеры в вертикальном положении.

После окончания отбора проб методом внешней фильтрации фильтр вынимают из фильтродержателя, складывают рабочей поверхностью внутрь, помещают в бумажный пакет, герметично упаковывают. Пробоотборную трубку промывают 10-20 $см^3$ раствора соляной кислоты (1:100). Смыв помещают в склянку, склянку маркируют и транспортируют вместе с упакованными фильтрами в лабораторию на анализ. Полученный раствор анализируют аналогично пробам в соответствии с п. 10.

Отобранные пробы устойчивы в течение месяца.

10 ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Подготовленные в соответствии с п. 8.6, раствор пробы и раствор холостой пробы при помощи перистальтического насоса подают в распылительную камеру спектрометра и в токе аргона образовавшаяся аэрозоль попадает в горелку, в которой происходит ионизация атомов. Измеряют не менее двух раз аналитический сигнал холостого раствора, приготовленного в соответствии с п. 8.6 и не менее двух раз аналитический сигнал раствора пробы, приготовленного в соответствии с п. 8.6.

Значения аналитических сигналов по каждому раствору усредняют. Аналитические сигналы измеряются и обрабатываются при помощи стандартного программного обеспечения спектрометра (с учётом оценки приемлемости аналитических сигналов, п. 8.5.1). Получают результат измерений массовой концентрации компонента в растворе пробы ($С_{пj}$, мкг/$см^3$).

Если значение массовой концентрации определяемого компонента в растворе пробы превышает верхнюю границу градуировочного графика, допускают разбавление подготовленного раствора, но не более чем в 100 раз, до установленного диапазона градуировочного графика,

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Результат измерений - массовую концентрацию определяемого компонента в воздухе рабочей зоны (атмосферном воздухе или промышленных выбросах), X, мг/$м^3$, находят по формуле:

$$X = ((C_{пj} - C_{хол.j}) + C_{см.j}) \times K \times V / V_o, \quad (4)$$

где $С_{пj}$ и $С_{хол.j}$ - массовая концентрация определяемого компонента в растворе рабочей пробы и в растворе холостой пробы соответственно, рассчитанная с помощью программного обеспечения, мкг/$см^3$;

$С_{смj}$ - массовая концентрация определяемого компонента в растворе смыва с пробоотборной трубки, рассчитанная с помощью программного обеспечения (только для проб промышленных выбросов), мкг/$см^3$;

V - объем раствора рабочей пробы, $см^3$;

V_o – объем аспирированного воздуха (газа) через фильтр (патрон) во время пробоотбора, приведенный к нормальным условиям $дм^3$;

K – коэффициент разбавления раствора пробы.

11.2 Объем аспирированного воздуха (газа) через фильтр (патрон) во время пробоотбора, приведенный к нормальным условиям, V_0 дм^3 рассчитывают по формуле:

11.2.1 Для проб атмосферного воздуха (при температуре 0 °С (273 К) и атмосферном давлении 760 мм.рт.ст. (101,3 кПа)):

$$V_0 = \upsilon \times \tau \times \frac{P \times 273}{(273 + t) \times 760}, \quad (5)$$

где – расход аспирируемого воздуха, дм^3/мин;

τ - время отбора одной пробы воздуха, мин;

t – температура воздуха в месте отбора пробы, °С;

Р – атмосферное давление при отборе проб воздуха, мм рт.ст.

Среднее значение атмосферного давления при отборе среднесуточной пробы рассчитывается по формуле:

$$P = \frac{P_н + P_к}{2}, \quad (6)$$

где $P_н$ и $P_к$ - значение атмосферного давления в начале и конце отбора проб.

11.2.2 Для проб воздуха рабочей зоны (при температуре 20 °С (293 К) и атмосферном давлении 760 мм.рт.ст. (101,3 кПа)):

$$V_0 = \upsilon \times \tau \times \frac{P \times 293}{(273 + t) \times 760}, \quad (7)$$

где υ – расход отбираемого воздуха, дм^3/мин;

τ - время отбора одной пробы воздуха, мин;

t – температура воздуха в месте отбора пробы, °С;

Р – атмосферное давление при отборе проб воздуха, мм рт.ст.

11.2.3 Для проб промышленных выбросов (при температуре 0 °С (273 К) и атмосферном давлении 760 мм.рт.ст. (101,3 кПа)):

$$V_0 = \upsilon \times \tau \times \frac{(P - p_p) \times 273}{(273 + t_p) \times 760}, \quad (8)$$

где υ – расход аспирируемого воздуха, дм^3/мин;

τ - время отбора одной пробы воздуха, мин;

Р – атмосферное давление при отборе проб воздуха, мм рт.ст;

p_p – разрежение газа перед аспиратором, мм.рт.ст;

t_p – температура газа перед аспиратором, °С.

Примечание

При необходимости (по требованию заказчика) допускается результат измерений массовой концентрации компонента в воздухе рабочей зоны (атмосферном воздухе или промышленных выбросах), пересчитать на содержание оксида (или соли). Для расчета массовой концентрации компонента (в пересчете на оксид (соль)) необходимо умножить значение результата измерений массовой концентрации компонента на коэффициент пересчета $K_п$.

Коэффициент пересчета ($K_п$) равен отношению молекулярной массы оксида (или соли) компонента (металла) ($M_{соед.}$) к молекулярной массе компонента (металла) ($M_к$) и числу атомов компонента (металла) в соединении (n).

$$K_п = \frac{M_{соед.}}{M_к \cdot n}$$

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результаты измерений оформляют протоколом испытаний в соответствии с требованиями ГОСТ ИСО/МЭК 17025 – 2009.

Результаты измерений массовой концентрации определяемого компонента в воздухе рабочей зоны (атмосферном воздухе или промышленных выбросах), X, мг/м^3, представляют в виде (при подтвержденном в лаборатории соответствии аналитической процедуры требованиям настоящего документа):

$$X \pm \Delta, P=0,95 \qquad (9)$$

где X - результат измерений массовой концентрации определяемого компонента в воздухе рабочей зоны (атмосферном воздухе или промышленных выбросах), мг/м^3, полученный в соответствии с процедурами разделов 10, 11;

Δ - абсолютная погрешность измерений массовой концентрации определяемого компонента в воздухе рабочей зоны (атмосферном воздухе или промышленных выбросах), мг/м^3, вычисляемая по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X \qquad (10)$$

где δ - относительная погрешность измерений массовой концентрации определяемого компонента в воздухе рабочей зоны (атмосферном воздухе или промышленных выбросах), по таблице 2, %;

Допустимо результат измерений представлять в виде:

$$X \pm \Delta_л, P=0,95 \qquad (11)$$

при условии $\Delta_л < \Delta$, где $\Delta_л$ - значение показателя точности измерений (доверительные границы абсолютной погрешности измерений), установленное при реализации настоящей методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений, мг/м^3.

Примечание

Числовые значения результата измерений оканчиваются цифрой того же разряда, что и значение показателя точности методики измерений (абсолютной погрешности измерений массовой концентрации определяемого компонента, с числом значащих цифр не более двух). Двумя значащими цифрами характеристику погрешности выражают в том случае, когда цифра старшего разряда равна или меньше 3. В случае, когда эта цифра больше 3, характеристика погрешности выражается одной значащей цифрой.

Примеры записи: (0,0013±0,0004) мг/м^3; (0,056±0,014) мг/м^3; (1,15±0,29) мг/м^3; (7,5±2,0) мг/м^3.

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

13.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры выполнения измерений по аналитической стадии методики;
- контроль стабильности результатов измерений по аналитической стадии методики (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности аналитической стадии методики);

- контроль качества выполнения стадии отбора аналитической пробы

13.2 Оперативный контроль процедуры выполнения измерений по аналитической стадии методики проводят на основе контроля внутрилабораторной прецизионности и погрешности аналитической стадии методики.

13.2.1 Образцы для контроля внутрилабораторной прецизионности и погрешности аналитической стадии методики готовят путем нанесения на фильтр (набивку патрона) соответствующих аликвот исходного или рабочего раствора (приготовленных в соответствии с п. 8.3.1 и 8.3.2) или многокомпонентного основного раствора МЭОС (приготовленного в соответствии с Приложением Б).

Образцы для контроля (ОК) используют в течение рабочего дня. Подготовку ОК к выполнению измерений проводят в соответствии с п. 8.6. Выполнение измерений проводят в соответствии с п. 10.

Холостую пробу при контроле готовят в соответствии с п. 8.6.

13.2.2 Контроль внутрилабораторной прецизионности аналитической стадии методики осуществляют путем сравнения результатов измерений содержания определяемого компонента в образцах для контроля (ОК), полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела внутрилабораторной прецизионности аналитической стадии методики ($R_{д,а}$), выраженного в абсолютных единицах:

$$\left|X_{1,а} - X_{2,а}\right| \le 0,01 \cdot R_{д,а,о} \cdot \overline{X}_а, \qquad (12)$$

где $X_{1,а}$, $X_{2,а}$ – результаты измерений содержания определяемого компонента в ОК, полученные в условиях внутрилабораторной прецизионности, мкг;

$\overline{X}_а$ – среднее арифметическое значение результатов измерений содержания определяемого компонента в ОК, полученных в условиях внутрилабораторной прецизионности, мкг;

$R_{д,а,о}$ – относительное значение предела внутрилабораторной прецизионности аналитической стадии методики, %.

Значение $R_{д,а,о}$ (%) может быть приведено в Протоколе установленных показателей качества результатов анализа при реализации методики измерений в лаборатории.

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

13.2.3 Контроль погрешности аналитической стадии методики с использованием образцов для контроля.

Контроль погрешности осуществляют путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $К_{к,а}$ с нормативом контроля К. Результат контрольной процедуры $К_{к,а}$ рассчитывают по формуле:

$$К_{к,а} = Х_а - С_{ок}, \qquad (13)$$

где $C_{ок}$ - содержание определяемого компонента в ОК, мкг;

X_a - результат измерений содержания определяемого компонента в ОК, мкг, определяемый по формуле:

$$X_a=(C_{пj}-C_{хол.j})\cdot K\cdot V \quad (14)$$

где $C_{пj}$ и $C_{хол.j}$ - массовая концентрация определяемого компонента в растворе ОК и в растворе холостой пробы соответственно, рассчитанная с помощью программного обеспечения, мкг/см^3;

V - объем раствора ОК, см^3;

К – коэффициент разбавления раствора ОК, не превышающий 100.

Норматив контроля К рассчитывают по:

$$K=\Delta_{л,а}, \quad (15)$$

где $\Delta_{л,а}$ - значение характеристики погрешности результатов измерений, соответствующее содержанию определяемого компонента в ОК, мкг, рассчитанное по формуле:

$$\Delta_{л,а}=0{,}01\cdot\delta_{л,а}\cdot C \quad (16)$$

где $\delta_{л,а}$ – относительная погрешность аналитической стадии, установленная при реализации настоящей методики в лаборатории, %.

Значение $\delta_{л,а}$ (%) может быть приведено в Протоколе установленных показателей качества результатов анализа при реализации методики измерений в лаборатории.

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным, при выполнении условия:

$$|K_{к,а}|\le K \quad (17)$$

При невыполнении условия (17) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (17) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

13.3 Периодичность оперативного контроля выполнения измерений по аналитической стадии методики, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений по аналитической стадии методики регламентируют во внутренних документах лаборатории.

Качество выполнения стадии отбора аналитической пробы обеспечивают путем поверки всех используемых на этой стадии средств измерений и периодического контроля процедуры проведения отбора аналитической пробы.

Приложение А

Перечень
используемых Государственных стандартных образцов

ГСО 7759-2000	Стандартный образец состава раствора ионов бериллия
ГСО 7340-96	Стандартный образец состава раствора ионов селена
ГСО 7760-2000	Стандартный образец состава раствора ионов бария
ГСО 7879-2001	Стандартный образец состава раствора ионов ртути
ГСО 7265-96	Стандартный образец состава раствора ионов никеля
ГСО 7472-98	Стандартный образец состава раствора ионов кадмия
ГСО 7268-96	Стандартный образец состава раствора ионов кобальта
ГСО 6082-2003	Стандартный образец состава раствора ионов теллура
ГСО 7267-96	Стандартный образец состава раствора ионов ванадия
ГСО 7252-96	Стандартный образец состава раствора ионов свинца
ГСО 7264-96	Стандартный образец состава раствора ионов мышьяка
ГСО 7257-96	Стандартный образец состава раствора ионов хрома
ГСО 7255-96	Стандартный образец состава раствора ионов меди
ГСО 7477-98	Стандартный образец состава раствора ионов висмута
ГСО 8204-02	Стандартный образец состава раствора ионов серебра
ГСО 7266-96	Стандартный образец состава раствора ионов марганца
ГСО 6079-91	Стандартный образец состава раствора ионов сурьмы
ГСО 7776-2000	Стандартный образец состава раствора ионов олова
Импорт.	Стандартный образец состава раствора ионов галлия
ГСО 8086-94	Стандартный образец состава раствора ионов молибдена
ГСО 5224-90	Стандартный образец состава раствора ионов лития
ГСО 7837-2000	Стандартный образец состава раствора ионов цинка
ГСО7269-96	Стандартный образец состава раствора ионов алюминия
ГСО 7254-96	Стандартный образец состава раствора ионов железа
ГСО 6083-91	Стандартный образец состава раствора ионов титана
ГСО 6066-91	Стандартный образец состава раствора ионов вольфрама
ГСО 7681-99	Стандартный образец состава раствора ионов магния
ГСО 8212-2000	Стандартный образец состава раствора кремния
Стандартные многоэлементные растворы ионов металлов*:	
МЭС-1	Стандартный образец состава раствора ионов алюминия, кальция, кадмия, железо, магния, марганца, натрия, хрома, цинка, лития, калия, фосфора
МЭС-2	Стандартный образец состава раствора ионов бора, ванадия, висмута, галлия, индия, кобальта, меди, никеля, кремния, титана, натрия
МЭС-3	Стандартный образец состава раствора ионов мышьяка, олова, рубидия, свинца, селена, сурьмы, теллура, бария, бериллия, серебра, стронция
МЭС-4	Стандартный образец состава раствора кремния ионов вольфрама, гафния, молибдена, ниобия, рения, тантала, циркония

* Производства фирмы ООО НПП «СКАТ» или любой другой аналогичный раствор, с погрешностью аттестованного значения не более ± 2%.

Приложение Б

Приготовление многоэлементных основных (МЭОС) растворов

МЭОС А. В кварцевый стакан вместимостью 100 $см^3$ помещают по 0,1000 г магния, кадмия, марганца и цинка, металлы растворяют в 20 $см^3$ азотной кислоты (1:4); во второй кварцевый стакан вместимостью 100 $см^3$ помещают по 0,1000 г алюминия и железа, металлы растворяют в 15 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании; в третий кварцевый стакан вместимостью 100 $см^3$ помещают 0,2828 г калия двухромовокислого, соль растворяют в 10 $см^3$ воды (п. 4.4), в четвертый кварцевый стакан помещают 0,1064 г карбоната лития, соль растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты при нагревании.

Полученные растворы переносят в мерную колбу вместимостью 2000 $см^3$, каждый стакан ополаскивают 5 $см^3$ азотной кислоты, затем доводят объем колбы до метки водой (п. 4.4) и перемешивают.

Массовая концентрация алюминия, кадмия, железа, магния, марганца, хрома, цинка в растворе МЭОС А - по 50 мкг/$см^3$, лития – 10 мкг/$см^3$.

Срок хранения основного раствора МЭОС А три месяца при температуре от 2°С до 10°С.

МЭОС Б. В первый кварцевый стакан вместимостью 100 $см^3$ помещают по 0,1000 г висмута, кобальта и меди, металлы растворяют в 15 $см^3$ азотной кислоты при нагревании. Во второй кварцевый стакан вместимостью 100 $см^3$ помещают 0,1000 г никеля, металл растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты при нагревании. В третий кварцевый стакан помещают 0,1000 г ванадия, металл растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты при нагревании. В четвертый кварцевый стакан помещают 0,1000 г галлия, металл растворяют в 10 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании. В пятый кварцевый стакан помещают 1,0110 г натрия кремниевокислого 9-водного, соль растворяют в 50 $см^3$ воды (п. 4.4). В полипропиленовую пробирку вместимостью 50 $см^3$ помещают 0,1000 г титана, металл растворяют в 5 $см^3$ азотной кислоты и нескольких капель фтористоводородной кислоты.

Полученные растворы переносят в мерную колбу вместимостью 2000 $см^3$, каждый стакан или пробирку ополаскивают 5 $см^3$ азотной кислоты, затем доводят объем колбы до метки водой (п. 4.4) и перемешивают. Раствор МЭОС Б хранят в полиэтиленовой банке.

Массовая концентрация ванадия, висмута, галлия, кобальта, меди, никеля, кремния, титана в растворе МЭОС Б - по 50 мкг/$см^3$.

Срок хранения основного раствора МЭОС Б три месяца при температуре от 2°С до 10°С.

МЭОС В. В первый кварцевый стакан помещают по 0,1000 г мышьяка, теллура, олова, сурьмы, металлы растворяют в 20 $см^3$ смеси соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании. Во второй кварцевый стакан помещают 0,1000 г селена, металл растворяют в 10 $см^3$ смеси концентрированных соляной и азотной кислот (3:1) при нагревании. В третий кварцевый стакан помещают 0,0200 г бериллия, металл растворяют в 10 $см^3$ соляной кислоты. В четвертый кварцевый стакан помещают 0,0200 г серебра, металл растворяют в 10 $см^3$ азотной кислоты (1:1). В пятый кварцевый стакан помещают 0,0460 г бария хлористого 6-водного, соль растворяют в 10 $см^3$ воды. В шестой кварцевый стакан помещают 0,1000 г молибдена, металл растворяют в 15 $см^3$ перекиси водорода при нагревании. В седьмой кварцевый стакан помещают 0,1000 г вольфрама, металл растворяют в 15 $см^3$ перекиси водорода при нагревании.

Полученные растворы (за исключением растворов молибдена и вольфрама) переносят в мерную колбу вместимостью 2000 $см^3$, каждый стакан ополаскивают 10 $см^3$ соляной кислоты (за исключением раствора серебра – стакан ополаскивают 10 $см^3$ азотной кислоты), добавляют 400 $см^3$ соляной кислоты, 10 $см^3$ ГСО ртути, 1000 $см^3$ воды и перемешивают. Затем переносят растворы молибдена и вольфрама, ополаскивая стаканы водой, доводят объем колбы до метки водой (п. 4.4) и перемешивают.

Массовая концентрация мышьяка, молибдена, олова, свинца, селена, сурьмы, теллура, вольфрама в растворе МЭОС В - по 50 мкг/$см^3$, бария, бериллия, серебра – по 20 мкг/$см^3$, ртути - 5,0 мкг/$см^3$.

Срок хранения основного раствора МЭОС В три месяца при температуре от 2°С до 10°С.

Приложение В

Схема установки для отбора проб промышленных выбросов методом внутренней фильтрации

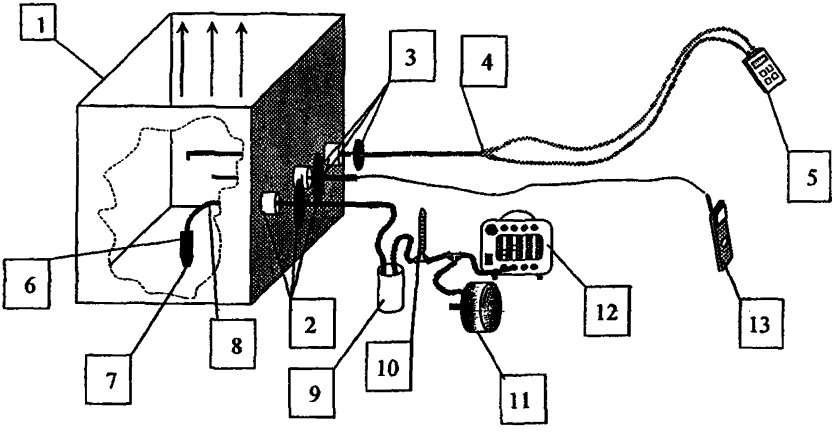
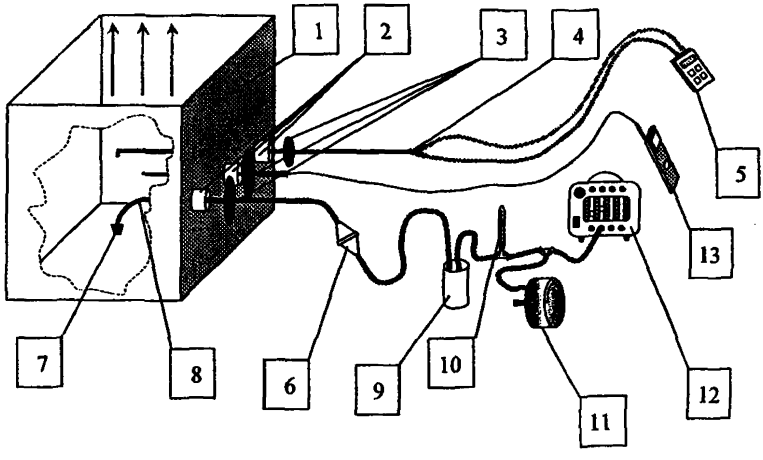


Схема установки для отбора проб промышленных выбросов методом внешней фильтрации



1 – газоход; 2 – пробоотборный штуцер; 3 – уплотнительное кольцо, 4 – пневмометрическая трубка; 5 – дифференциальный манометр; 6 – патрон с фильтрующим материалом (фильтродержатель с аэрозольным фильтром); 7 – наконечник; 8 – пробоотборная трубка; 9 – ёмкость для сбора конденсата; 10 – термометр; 11 – тягомер; 12 – аспиратор;
13 – контактный термометр

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
(Росстандарт)
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)
Государственный научный метрологический институт

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 222.0249/01.00258/2015

Методика измерений массовых концентраций загрязняющих компонентов в воздухе
наименование методики, включая измеряемый компонент, измеряемую величину, и, при необходимости,
рабочей зоны, атмосферном воздухе, промышленных выбросах в атмосферу методом
объекта измерений, диапазон(ы) измерений, параметров и реализуемый способ измерений
атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой,
предназначенная для применения в санитарных и экоаналитических лабораториях,
область использования
разработанная ОАО "Красцветмет" (660027, Красноярский край, г. Красноярск,
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику
Транспортный проезд, дом 1) совместно с Филиалом "ЦЛАТИ по Енисейскому региону"
ФБУ "ЦЛАТИ по СФО" - г. Красноярск (660055, Красноярский край, г. Красноярск,
ул. Джамбульская, 10)
и содержащаяся в документе " Методика измерений массовых концентраций
обозначение и наименование документа, содержащего методику, год утверждения, число страниц
загрязняющих компонентов в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе, промышленных
выбросах в атмосферу методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-
связанной плазмой", год утверждения - 2015, 31 с.

Методика аттестована в соответствии с ФЗ № 102 "Об обеспечении единства измерений" и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по
тех.процессам и (или) материалам, полученным
разработке методики измерений и экспериментальных исследований.

В результате аттестации методики измерений установлено, что методика измерений
нормативно-правовой документ в области обеспечения единства измерений (при наличии) и ГОСТ Р 8.563
соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 2 л.

Директор С.И. Медведевских

Зав. лабораторией О.Б.Пономарева

Дата выдачи 2015

Рекомендуемый срок пересмотра методики измерений:

Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, [illegible]
Тел.: (343) 350-26-18, факс: (343) 350-20-39. E-mail: uni[illegible]

МЕТРОН

ПРИЛОЖЕНИЕ
к свидетельству № 222.0249/01.00258/2015
об аттестации методики измерений массовых концентраций загрязняющих компонентов в воздухе рабочей зоны, атмосферном воздухе, промышленных выбросах в атмосферу методом атомно-эмиссионной спектрометрии с индуктивно-связанной плазмой

на 2 листах

1. Наименование определяемого компонента, диапазон измерений

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений	
	мг/м^3	в аналитической пробе, мкг
Бериллий	от 0,00017 до 0,5 вкл.	от 0,0255 до 500 вкл.
Селен	от 0,0005 до 10,0 вкл.	от 0,075 до 10000 вкл.
Барий	от 0,0075 до 2,0 вкл.	от 1,125 до 2000 вкл.
Ртуть	от 0,00017 до 0,125 вкл.	от 0,0255 до 125 вкл.
Никель	от 0,0005 до 10,0 вкл.	от 0,075 до 10000 вкл.
Кадмий	от 0,0002 до 5,0 вкл.	от 0,03 до 5000 вкл.
Кобальт	от 0,0002 до 5,0 вкл.	от 0,03 до 5000 вкл.
Теллур	от 0,0005 до 5,0 вкл.	от 0,075 до 5000 вкл.
Ванадий	от 0,0002 до 25,0 вкл.	от 0,03 до 25000 вкл.
Свинец	от 0,0005 до 10,0 вкл.	от 0,075 до 10000 вкл.
Мышьяк	от 0,0005 до 3,0 вкл.	от 0,075 до 3000 вкл.
Хром	от 0,0005 до 10,0 вкл.	от 0,075 до 10000 вкл.
Медь	от 0,0005 до 10,0 вкл.	от 0,075 до 10000 вкл.
Висмут	от 0,001 до 10,0 вкл.	от 0,15 до 10000 вкл.
Серебро	от 0,001 до 3,0 вкл.	от 0,15 до 3000 вкл.
Марганец	от 0,001 до 10,0 вкл.	от 0,15 до 10000 вкл.
Сурьма	от 0,001 до 10,0 вкл.	от 0,15 до 10000 вкл.
Олово	от 0,001 до 5,0 вкл.	от 0,15 до 5000 вкл.
Галлий	от 0,001 до 10,0 вкл.	от 0,15 до 10000 вкл.
Молибден	от 0,001 до 10,0 вкл.	от 0,15 до 10000 вкл.
Литий	от 0,0025 до 2,0 вкл.	от 0,375 до 2000 вкл.
Цинк	от 0,001 до 10,0 вкл.	от 0,15 до 10000 вкл.
Алюминий	от 0,00125 до 25,0 вкл.	от 0,1875 до 25000 вкл.
Железо	от 0,00125 до 25,0 вкл.	от 0,1875 до 25000 вкл.
Титан	от 0,005 до 25,0 вкл.	от 0,75 до 25000 вкл.
Вольфрам	от 0,01 до 17,0 вкл.	от 1,5 до 17000 вкл.
Магний	от 0,01 до 25,0 вкл.	от 1,5 до 25000 вкл.
Кремний	от 0,025 до 25,0 вкл.	от 3,75 до 25000 вкл.

Старший инженер ФГУП «УНИИМ»,
эксперт-метролог (сертификат № RUM 02.33.00508-2) Ю.В. Канаева

2. Значения характеристики погрешности методики, стадии отбора аналитической пробы и аналитической стадии[1]

Показатель точности методики (границы относительной погрешности при доверительной вероятности P=0.95), ±δ, %	Показатель точности стадии отбора аналитической пробы (границы относительной погрешности при доверительной вероятности P=0.95), $\pm\delta_{оп}$, %	Показатель точности аналитической стадии (границы относительной погрешности при доверительной вероятности P=0.95), $\pm\delta_{а}$, %
25	10	23

3. Значения составляющих характеристики погрешности и предела воспроизводимости аналитической стадии методики

Относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости[2], $\pm\sigma_{вд,а}$, %	Границы относительной систематической погрешности при доверительной вероятности P=0,95, $\pm\delta_{с,д}$, %	Предел воспроизводимости аналитической стадии методики (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в условиях воспроизводимости, при доверительной вероятности P=0,95), $R_{д,а}$,%
11	8	30

Старший инженер ФГУП «УНИИМ»,
эксперт-метролог (сертификат № RUM 02.33.00508-2) Ю.В. Канаева

Дата выдачи: 20.10.2015

[1] методика условно разделена на две стадии – отбора аналитической пробы и аналитическую стадию.
[2] значение показателя воспроизводимости аналитической стадии методики установлено на основе результатов межлабораторного эксперимента при первичной аттестации методики, свидетельство об аттестации №224.0201/01.00258/2010.

gost.e-ecolog.ru