
ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ



НАЦИОНАЛЬНЫЙ
СТАНДАРТ
РОССИЙСКОЙ
ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р
72347—
2025
(ИСО 11174:2023)

ВОЗДУХ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Определение твердых частиц
кадмия и его соединений.

Метод атомно-абсорбционного анализа
с пламенной и электротермической атомизацией

(ISO 11174:2023, MOD)

Издание официальное

Москва
Российский институт стандартизации
2025

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Акционерным обществом «Научно-исследовательский институт охраны атмосферного воздуха» (АО «НИИ Атмосфера») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

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

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 22 октября 2025 г. № 1263-ст

4 Настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 11174:2023 «Воздух рабочей зоны. Определение твердых частиц кадмия и его соединений. Метод атомно-абсорбционного анализа с пламенной и электротермической атомизацией» (ISO 11174:2023 «Workplace air — Determination of particulate cadmium and cadmium compounds — Flame and electrothermal atomic absorption spectrometric method», MOD) путем внесения технических отклонений, объяснение которых приведено во введении к настоящему стандарту.

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте, приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

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

© ISO, 2023

© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2025

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

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины и определения	2
4 Основные принципы	2
5 Аналитические реакции	3
6 Основные требования	3
7 Используемые реактивы	3
8 Используемое оборудование	4
9 Отбор проб	7
10 Порядок проведения анализа	9
11 Выражение результатов	13
12 Особые случаи	15
13 Протокол испытаний	16
Приложение А (справочное) Рабочие параметры определения кадмия методом электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии	17
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте	18
Библиография	19

Введение

Здоровье работников многих отраслей промышленности, таких как горнодобывающая промышленность, переработка металлов, производство аккумуляторов, литейное производство, электроника и строительство, подвергается риску при вдыхании воздуха, содержащего твердые частицы кадмия и его соединений. Специалистам в области промышленной гигиены и охраны труда необходимо определять эффективность мероприятий, предпринимаемых для контроля вредных воздействий на работников, что обычно достигается путем анализа воздуха на рабочем месте. В настоящем стандарте приведен доступный метод определения массовой концентрации твердых частиц кадмия и его неорганических соединений (в пересчете на кадмий) в воздухе рабочей зоны с использованием пламенной или электро-термической атомно-абсорбционной спектрометрии. Он предназначен для учреждений, занимающихся вопросами безопасности и гигиены труда; специалистов по промышленной гигиене и других специалистов в области общественного здравоохранения; аналитических лабораторий и промышленных предприятий.

Исполнение положений настоящего стандарта и интерпретацию полученных результатов следует проводить специалистам, имеющим соответствующую квалификацию и опыт.

В рамках настоящего стандарта пункты 7.1, 7.2 и 7.5 были модифицированы с учетом требований к качеству реактивов, в которых уточнен класс воды и исключены сведения о возможном содержании кадмия в воде и азотной кислоте, для приведения к условиям применения метода в лабораториях и для учета требований нормативных документов Российской Федерации.

Также настоящий стандарт является модифицированным по отношению к международному стандарту ИСО 11174:2023 путем замены ссылочных международных стандартов на ссылочные гармонизированные межгосударственные и национальные стандарты.

Остальные положения настоящего стандарта идентичны положениям международного стандарта ИСО 11174:2023.

ВОЗДУХ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Определение твердых частиц кадмия и его соединений.

Метод атомно-абсорбционного анализа с пламенной и электротермической атомизацией

Workplace air.

Determination of particulate cadmium and cadmium compounds.

Flame and electrothermal atomic absorption spectrometric method

Дата введения — 2026—01—01

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Кадмий и его соединения токсичны и оказывают канцерогенное воздействие на человека (см. [1]). В процессе работы следует избегать любого воздействия на органы дыхания. Поэтому при работе с кадмием или его соединениями необходимо использовать средства индивидуальной защиты (например, респиратор).

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения массовой концентрации твердых частиц кадмия и его неорганических соединений (в пересчете на кадмий) в воздухе рабочей зоны с использованием пламенной или электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии.

Процедура обработки проб, указанная в 10.2.2, была рассмотрена (см. [2], [3]) для ряда пигментов и стеклянных эмалей, содержащих кадмий.

Аналитический метод был проверен (см. [2]) для определения масс от 10 до 600 нг кадмия на пробу с использованием электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии и от 0,15 до 96 мкг кадмия на пробу с использованием пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии (см. [3]). Диапазон определяемых концентраций кадмия в воздухе определяется процедурой отбора проб.

Метод применим для индивидуального отбора проб вдыхаемой или торакальной фракции частиц в воздухе в соответствии с *ГОСТ Р ИСО 7708*, а также для стационарного отбора проб.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 1770 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 21400 Стекло химико-лабораторное. Технические требования. Методы испытаний

ГОСТ 29169 (ИСО 648—77) Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ ISO/IEC 17025 Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий

ГОСТ Р 52501 (ИСО 3696:1987) Вода для лабораторного анализа. Технические условия

ГОСТ Р 59670 (ИСО 20581:2016) Воздух рабочей зоны. Общие требования к методикам определения содержания химических веществ

ГОСТ Р ИСО 4225 Качество воздуха. Общие аспекты. Словарь

ГОСТ Р ИСО 7708 Качество воздуха. Определение гранулометрического состава частиц при санитарно-гигиеническом контроле

ГОСТ Р ИСО 13137 Воздух рабочей зоны. Насосы для индивидуального отбора проб химических и биологических веществ. Требования и методы испытаний

ГОСТ Р ИСО 21832 Воздух рабочей зоны. Металлы и металлоиды в частицах, находящихся в воздухе. Требования к оценке процедур измерения

Примечание — При пользовании настоящим стандартом целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодному информационному указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по выпускам ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты» за текущий год. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана недатированная ссылка, то рекомендуется использовать действующую версию этого стандарта с учетом всех внесенных в данную версию изменений. Если заменен ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, то рекомендуется использовать версию этого стандарта с указанным выше годом утверждения (принятия). Если после утверждения настоящего стандарта в ссылочный стандарт, на который дана датированная ссылка, внесено изменение, затрагивающее положение, на которое дана ссылка, то это положение рекомендуется применять без учета данного изменения. Если ссылочный стандарт отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, рекомендуется применять в части, не затрагивающей эту ссылку.

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

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

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

Примечание — См. [4], 3.1.

3.3 **раствор пробы** (sample solution): Раствор, приготовленный из пробы путем ее *растворения* (см. 3.2).

Примечание — См. [4], 3.2.

3.4 **испытательный раствор** (test solution): Холостой раствор или *раствор пробы* (см. 3.3), подвергнутый всем операциям, необходимым для его перевода в состояние готовности к анализу.

Примечание — См. [4], 3.3.

4 Основные принципы

4.1 Твердые частицы, содержащие кадмий и его неорганические соединения, отбирают путем пропускания измеренного объема воздуха через подложку для отбора проб (см. 8.2), такую как фильтр или пенопласт, установленную в пробоотборнике (см. 8.1), предназначенном для отбора вдыхаемой фракции частиц.

4.2 Анализируемый раствор готовят путем обработки подложки для отбора проб (см. 8.2) с отбранной пробой 5 см³ азотной кислоты, разведенной в соотношении 1:1 (см. 7.3), нагревая на электроплитке до тех пор, пока не останется около 1 см³ концентрированного раствора азотной кислоты (см. 7.2), далее раствор охлаждают и затем разбавляют до 10 см³ водой (см. 7.1).

4.3 Испытуемый раствор анализируют на содержание кадмия путем распыления в пламя воздуха/ацетиленового атомно-абсорбционного спектрометра (см. 8.6.5), оснащенного кадмиевой лампой с полым катодом или безэлектродной газоразрядной лампой. Измерения оптической плотности проводят при длине волны 228,8 нм, а результаты обрабатывают с использованием градуировочного графика.

4.4 Для точного определения низкой концентрации кадмия в растворе анализ можно провести с помощью электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии. Аликвоты испытуемого раствора и раствора матрицы-модификатора распыляются на твердую пиролитическую графитовую подложку,

установленную в графитовой трубке с пиролитическим покрытием, и после стадий сушки и озонения пробу распыляют электротермически. Измерения оптической плотности проводят при длине волны 228,8 нм с коррекцией фона, а результаты обрабатывают с помощью градуировочного графика.

5 Аналитические реакции

В целом большинство твердых частиц соединений кадмия, которые обычно обнаруживают в пробах воздуха рабочей зоны, с помощью процедуры разложения пробы, указанной в 10.2.2, преобразуются в водорастворимые ионы кадмия (Cd^{2+}). Однако при необходимости эффективность процедуры подготовки пробы твердых частиц соединений кадмия следует подтвердить, используя другие известные методики. Например, методы разложения приведены в [4].

6 Основные требования

Процедура измерения должна соответствовать требованиям к эффективности, указанным в ГОСТ Р 59670, ГОСТ Р ИСО 21832 (см. также международные, европейские или национальные стандарты, которые определяют требования к эффективности процедур измерения химических веществ в воздухе рабочей зоны).

7 Используемые реактивы

При анализе используют реактивы квалификации «о.с.ч.» и только воду, указанную в 7.1.

7.1 Вода, соответствующая требованиям к воде класса 1 по ГОСТ Р 52501.

7.2 Азотная кислота (HNO_3), концентрированная, $\rho = 1,42 \text{ г/см}^3$ (массовая доля от 69 % до 71 %).

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Концентрированная азотная кислота обладает коррозионным и окисляющим действием, а пары азотной кислоты вызывают раздражение слизистых оболочек. При работе следует избегать контакта с кожей или глазами, а также вдыхания паров. При работе с концентрированной или разбавленной азотной кислотой следует использовать средства индивидуальной защиты (например, перчатки, защитную маску или защитные очки). Работу с концентрированной азотной кислотой необходимо проводить в вытяжном шкафу.

7.3 Азотная кислота, разведенная в соотношении 1:1.

В стакан емкостью 2 дм³, содержащий 450 см³ воды (см. 7.1), осторожно приливают 500 см³ концентрированной азотной кислоты (см. 7.2). Перемешивают, дают остыть и количественно переносят в мерную колбу емкостью 1000 см³ (см. 8.6.1.7). Доводят до метки водой, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

7.4 Азотная кислота, разведенная в соотношении 1:9.

В мерную колбу емкостью 1000 см³ (см. 8.6.1.7) наливают примерно 800 см³ воды (см. 7.1). Осторожно добавляют в колбу 100 см³ концентрированной азотной кислоты (см. 7.2) и перемешивают. Охлаждают, затем доводят до метки водой, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

7.5 Плавиковая кислота (HF), концентрированная, $\rho \approx 1,16 \text{ г/см}^3$ (массовая доля 48 %), при необходимости (см. 10.2.2), для разложения проб, содержащих силикаты свинца.

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Концентрированная плавиковая кислота и ее пары чрезвычайно токсичны и вызывают сильную коррозию. Разбавленная плавиковая кислота вызывает серьезные и болезненные ожоги, причем эти ожоги выявляются в течение 24 ч после контакта. Следует избегать воздействия при контакте с кожей или глазами, а также при вдыхании паров. При работе с концентрированной или разбавленной плавиковой кислотой следует использовать средства индивидуальной защиты (например, перчатки, защитную маску или защитные очки). Работу с концентрированной или разбавленной плавиковой кислотой необходимо проводить в вытяжном шкафу. Очень важно иметь на рабочем месте гель, содержащий глюконат кальция, которым следует обрабатывать кожу непосредственно после контакта, а также в течение 24 ч после.

7.6 Исходный стандартный раствор кадмия¹⁾ с массовой концентрацией 1000 мг/дм³.

7.6.1 При наличии следует использовать стандартный раствор кадмия в концентрации 1000 мг/дм³. Необходимо соблюдать срок его годности, указанный или рекомендованный производителем.

В качестве альтернативы готовят стандартный раствор кадмия в соответствии с процедурой, указанной в 7.6.2.

7.6.2 В термостойкий стакан емкостью 50 см³ (см. 8.6.1.1) максимально точно взвешивают (1,000 ± 0,001) г металлического кадмия (массовая доля Cd не менее 99,9 %), затем приливают 20 см³ азотной кислоты, разведенной 1:1 (см. 7.3), накрывают крышкой или часовым стеклом (см. 8.6.1.4) и нагревают примерно до 150 °С на электроплитке (см. 8.6.4) в вытяжном шкафу до полного растворения металла. Далее снимают стакан с плитки, охлаждают и количественно переносят в мерную колбу емкостью 1000 см³ (см. 8.6.1.7), доводят до метки водой (см. 7.1), закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Приготовленный раствор хранят в полипропиленовой емкости (см. 8.6.2.2) до одного года.

7.7 Рабочий стандартный раствор кадмия А с массовой концентрацией 100 мг/дм³.

В мерную колбу емкостью 100 см³ (см. 8.6.1.7) вносят с помощью пипетки (см. 8.6.3.1) 10,0 см³ исходного раствора кадмия (см. 7.6). Добавляют 1 см³ концентрированной азотной кислоты (см. 7.2), доводят до метки водой (см. 7.1), закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Приготовленный рабочий раствор А хранят в полипропиленовой емкости (см. 8.6.2.2) до одного месяца.

7.8 Рабочий стандартный раствор кадмия В с массовой концентрацией 1 мг/дм³.

В мерную колбу емкостью 100 см³ (см. 8.6.1.7) вносят с помощью пипетки (см. 8.6.3.1) 0,1 см³ исходного раствора кадмия (см. 7.6). Добавляют 1 см³ концентрированной азотной кислоты (см. 7.2), доводят до метки водой (см. 7.1), закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Приготовленный рабочий раствор В хранят в полипропиленовой емкости (см. 8.6.2.2) до одного месяца.

7.9 Раствор матрицы-модификатора с концентрацией дигидрофосфата аммония (NH₄H₂PO₄) 10 г/дм³ (см. 7.1).

В мерный стакан емкостью 250 см³ (см. 8.6.1.1) взвешивают 1,00 г NH₄H₂PO₄. Добавляют 50 см³ воды (см. 7.1) и перемешивают до растворения. Затем добавляют 10 см³ концентрированной азотной кислоты (см. 7.2), перемешивают и количественно переносят раствор в мерную колбу емкостью 100 см³ (см. 8.6.1.7). Доводят до метки водой, закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

В случае необходимости введения модификации для оптимизации раствора «матрица-модификатор» это должно быть отражено в протоколе испытаний (см. раздел 13).

7.10 Моющее средство, применяемое для очистки пробоотборников (см. 8.1) и лабораторной аппаратуры, разбавленное водой (см. 7.1) в соответствии с инструкциями производителя.

7.11 Сжатый воздух, особо чистый, фильтрованный.

7.12 Ацетилен в баллоне со сжатым газом.

7.13 Аргон, поставляемый в баллонах или в виде криогенной жидкости.

Аргон необходим для проведения анализа методом электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии (см. 10.3.4.6).

8 Используемое оборудование

8.1 Пробоотборники для отбора проб твердых частиц в воздухе (см. 9.1.1) — в соответствии с ГОСТ Р ИСО 7708, подходящие для использования с подложкой для отбора проб (см. 8.2) и совместимые с используемыми насосами для отбора проб (см. 8.3).

Примечания

1 Для описания пробоотборников, предназначенных для отбора вдыхаемой фракции частиц в воздухе, используется ряд различных терминов, например, зонд для отбора проб, держатели фильтров, кассеты фильтров и кассеты для мониторинга воздуха (см. [5]).

2 В ряде пробоотборников проба представляет собой твердый материал, собранный на подложке фильтра для отбора проб, и отражает собой вдыхаемую фракцию частиц, переносимых по воздуху, и любые отложе-

¹⁾ Рекомендуется использовать государственный стандартный образец состава раствора ионов кадмия ГСО 7472—98, предназначенный для метрологической аттестации методик, контроля погрешностей и для градуировки атомно-абсорбционных, спектрофотометрических, фотоколориметрических средств измерения.

ния на внутренних поверхностях пробоотборника не представляют интереса. Однако некоторые пробоотборники сконструированы таким образом, что частицы, которые осаждаются на внутренних поверхностях пробоотборника, будут являться частью пробы. Некоторые пробоотборники этого типа имеют внутреннюю фильтрующую кассету или картридж, который можно снять с пробоотборника, для извлечения внутренних осадений. Дополнительная информация о включении осадений на внутренней стенке пробоотборника приведена в [6].

3 Для отбора индивидуальных проб вдыхаемой фракции частиц в воздухе допустимо использовать циклонные пробоотборники.

4 Пробоотборники, изготовленные из непроводящего материала, обладают электростатическими свойствами, которые могут влиять на представительность отобранной пробы. Пробоотборники, изготовленные из проводящего материала, снижают электростатическое воздействие.

8.2 Подложки для отбора проб, такие как фильтры или пенопласт, растворимые при использовании процедуры разложения пробы, указанной в 10.2.2, и с удерживающей способностью не менее 99 % для частиц со средним аэродинамическим диаметром 0,3 мкм (см. *ГОСТ Р ИСО 7708*).

Содержание кадмия должно быть не более 0,001 мкг на подложку для отбора проб.

Примечание — Наиболее подходящими материалами являются мембранные фильтры из смешанных эфиров целлюлозы с размером пор от 0,8 до 1,2 мкм. Целлюлозные (бумажные) фильтры имеют удерживающую способность ниже 99 % и поэтому непригодны. Фильтры из стекловолокна и кварцевого волокна не растворяются при процедуре разложения пробы, указанной в 10.2.2, при их применении требуется существенная модификация процедуры 10.2.2. Кроме того, такие фильтры могут иметь высокий металлический фон, что может создавать помехи при высокочувствительном анализе.

8.3 Насосы для отбора проб, соответствующие требованиям *ГОСТ Р ИСО 13137*.

8.4 Расходомер переносной, откалиброванный, способный измерять расход (см. 9.1.1) с относительной погрешностью не более ± 5 % и соответствующий национальным стандартам.

Калибровка расходомера должна быть проверена по первичному эталону, т. е. расходомеру, точность которого соответствует национальным стандартам. При необходимости (см. 9.1.3.2) записывают температуру и атмосферное давление, при которых проводилась калибровка расходомера.

Рекомендуется, чтобы используемый расходомер позволял измерять объемный расход с относительной погрешностью ± 2 % или лучше.

8.5 Вспомогательное оборудование

8.5.1 Гибкие трубки диаметром, подходящим для обеспечения герметичного соединения пробоотборников (см. 8.1) с насосом для отбора проб (см. 8.3).

8.5.2 Ремни или крепления, к которым можно удобно прикрепить пробоотборные насосы (см. 8.3) для индивидуального отбора проб (за исключением случаев, когда пробоотборные насосы достаточно малы, чтобы поместиться в карманах рабочего).

8.5.3 Пинцеты с плоскими концами для загрузки и выгрузки подложек для отбора проб (см. 8.2) в пробоотборники (см. 8.1).

8.5.4 Транспортные кассеты или аналогичные устройства, если они необходимы для транспортирования проб для лабораторного анализа.

Во избежание возможного загрязнения после отбора проб рекомендуется оставлять подложки для отбора проб (см. 8.2) внутри держателей во время транспортирования.

8.5.5 Барометр, пригодный для измерения атмосферного давления, при необходимости (см. 9.1.3).

8.5.6 Термометр с минимальным диапазоном температур от 0 °С до 50 °С, с ценой деления не более 1 °С, для измерения температуры воздуха.

Для применений при температурах ниже нуля диапазон термометра должен быть расширен до соответствующего желаемого диапазона.

При необходимости для измерения относительной влажности следует использовать гигрометр.

8.6 Аналитическое или лабораторное оборудование

Применяют стандартное лабораторное оборудование, в том числе перечисленное далее.

8.6.1 Стеклопосуда из боросиликатного стекла (см. 3.3), отвечающая требованиям *ГОСТ 21400*.

Для анализа кадмия желательно иметь отдельный набор стеклянной посуды. Вполне возможно, что сильно загрязненная стеклянная посуда общего пользования не будет очищена должным образом с использованием процедуры, указанной в 10.1.4.

8.6.1.1 Стаканы емкостью 50 см³ для разложения проб субстратов подложек для отбора проб (см. 8.2) и приготовления исходного стандартного раствора кадмия (см. 7.6).

Если для растворения пробы используется плавиковая кислота (см. 7.5), следует использовать политетрафторэтиленовые химические стаканы (см. 8.6.2.1), устойчивые к воздействию HF.

8.6.1.2 Стаканы емкостью 250 см³ для приготовления раствора матрицы-модификатора (см. 7.9).

8.6.1.3 Стаканы емкостью 2 дм³ для приготовления раствора азотной кислоты, в соотношении 1:1 (см. 7.3)

8.6.1.4 Часовое стекло, подходящее для накрывания стаканов емкостью 50 см³ (см. 8.6.1.1).

8.6.1.5 Пипетка Мора (аликвотная пипетка) различной емкости, соответствующая требованиям ГОСТ 29169, как альтернатива мерным устройствам с поршневым приводом (см. 8.6.3).

8.6.1.6 Мерные цилиндры емкостью от 10 до 1000 см³.

8.6.1.7 Мерные колбы с одной отметкой емкостью от 10 до 1000 см³, соответствующие требованиям ГОСТ 1770.

8.6.2 Пластиковая лабораторная посуда, в том числе перечисленная далее.

8.6.2.1 Термостойкие стаканы, крышки стаканов и т. п., при необходимости изготовленные из материала, устойчивого к воздействию плавиковой кислоты (см. 7.5); например, политетрафторэтилена, подходящего для растворения с использованием плавиковой кислоты.

Примечание — Если устойчивость к воздействию HF не требуется, стаканы и крышки стаканов могут быть изготовлены из стекла (см. 8.6.1).

8.6.2.2 Емкости полипропиленовые вместимостью от 100 до 1000 см³.

Допускается использование емкостей из альтернативных материалов при условии, что они пригодны для использования по назначению (см. 7.6.2, 7.6 и 7.7). Однако следует избегать использования емкостей из цветного пластика, поскольку некоторые из них содержат пигменты с солями кадмия, которые могут выделяться при контакте с растворами азотной кислоты.

8.6.3 Мерные приборы с поршневым приводом (см. [7]). Требования к испытаниям см. в [8].

8.6.3.1 Делительные пипетки, соответствующие требованиям [9], как альтернатива пипеткам Мора (аликвотным пипеткам) (см. 8.6.1.5) для приготовления стандартных и калибровочных растворов, а также для разбавления раствора проб.

8.6.3.2 Дозаторы, соответствующие требованиям ИСО [10], для дозирования кислот.

8.6.4 Нагревательная плита с термостатом, способная поддерживать температуру поверхности постоянной около 150 °С.

Примечание — Эффективность нагревательных плит иногда недостаточна, а температура поверхности может значительно меняться в зависимости от положения на плите. Поэтому необходимо учитывать эти характеристики перед использованием.

8.6.5 Атомно-абсорбционный спектрометр, оснащенный воздушно-ацетиленовой горелкой, в которую подаются сжатый воздух (см. 7.11) и ацетилен (см. 7.12), и оснащенный либо кадмиевой лампой с полым катодом, либо безэлектродной газоразрядной лампой.

Если растворение пробы проводят с помощью плавиковой кислоты (см. 7.5 и 10.2.2), атомно-абсорбционный спектрометр должен быть совместим с ней.

При необходимости (см. 10.3.4.6) атомно-абсорбционный спектрометр должен быть способен выполнять одновременную коррекцию фона при длине волны 228,8 нм либо с использованием непрерывного источника, такого как дейтериевая лампа, для измерения неопределенного затухания, либо с использованием систем коррекции фона Зеемана или Смита-Хифтье (см. [11]).

8.6.6 Электротермический распылитель, оснащенный твердой платформой из пиролитического графита, установленной в графитовой трубке с пиролитическим покрытием с подаваемым аргоном (см. 7.13) в качестве продувочного газа, и оснащенный автосамплером, способным распылять на платформу микролитровые объемы.

Примечание — Некоторые производители атомно-абсорбционных спектрометров (см. 8.6.5) используют альтернативную конструкцию электротермического распылителя для достижения постоянной температуры окружающей среды во время распыления, а некоторые используют осаждение аэрозоля в качестве средства введения пробы. Использование таких приспособлений допускается, но возможно, что эффективность метода будет отличаться от приведенной в 11.2.

8.6.7 Одноразовые виалы для автосамплеров, изготовленные из полистирола или других подходящих материалов, для использования с электротермическим распылителем (см. 8.6.6).

Рекомендуется избегать использования виал для автосамплера, изготовленных из цветного пластика, поскольку некоторые из них содержат пигменты кадмия, которые могут выделяться при контакте с растворами азотной кислоты.

8.6.8 Аналитические весы с дискретностью 0,1 мкг.

8.6.9 Перчатки одноразовые, непроницаемые, исключающие возможность загрязнения рук и предохраняющие их от контакта с токсичными и агрессивными веществами. В основном используют перчатки из поливинилхлорида (ПВХ).

9 Отбор проб

9.1 Процедура отбора проб

9.1.1 Характеристики отбора проб и скорость потока

Используют пробоотборник (см. 8.1), подходящий для отбора вдыхаемой фракции частиц в воздухе, в соответствии с *ГОСТ Р ИСО 7708*, со скоростью потока, приводящей к требуемым характеристикам отбора.

Значения предельного профессионального воздействия для кадмия и его соединений обычно применяют как для вдыхаемой фракции твердых частиц в воздухе.

Примечание — Обычно используются пробоотборники со скоростью потока около 2 дм³/мин (в соответствии с рекомендациями производителя). Некоторые пробоотборники способны обеспечивать скорость потока до 10 дм³/мин.

9.1.2 Период отбора проб

Выбирают период отбора проб соответствующей продолжительности (минимум 2 ч), используя любую имеющуюся информацию о рабочем процессе и воздухе рабочей зоны, чтобы количество отобранного кадмия находилось в пределах рекомендуемого рабочего диапазона метода. Например, следует использовать период отбора, который относится к базовому периоду (например, 8 ч).

Чтобы оценить период отбора проб соответствующей продолжительности, необходимо учитывать используемый расход (см. 9.1.1) и ожидаемую концентрацию кадмия в воздухе рабочей зоны. Если ожидают низкие концентрации кадмия в воздухе, следует учитывать нижний предел рабочего диапазона метода (см. 11.3.2). Например, для определения кадмия в воздухе в концентрации 0,5 мкг/м³ методом пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии минимальное время отбора проб при скорости потока 2 дм³/мин составляет 8 ч. Если ожидают высокие концентрации кадмия в воздухе, время отбора проб не должно быть продолжительным, чтобы избежать риска перегрузки подложки для отбора проб (см. 8.2) твердыми частицами.

9.1.3 Влияние температуры и давления

9.1.3.1 При необходимости соответствия национальным стандартам и правилам (см. [12]) проводят пересчет массовой концентрации кадмия в воздухе к нормальным условиям. Для этого фиксируют атмосферную температуру и давление в течение всего периода отбора проб (см. 9.3.2, 9.3.3 и 9.3.5) и используют формулу, приведенную в 11.1.3, для внесения необходимой поправки.

Примечание — Концентрация кадмия в воздухе приводится с учетом условий рабочей зоны (температура, давление).

9.1.3.2 Расход, отражаемый некоторыми типами расходомеров, зависит от температуры и давления. Поэтому для конкретного используемого расходомера руководствуются инструкцией по эксплуатации и при необходимости вносят поправку для учета разницы между температурой и давлением во время калибровки расходомера и во время отбора проб. Подобную коррекцию вносят в случае возникновения ошибки более ±5 %. В этом случае следует фиксировать температуру и давление, при которых был калиброван расходомер (см. 8.4).

Примечание — Пример поправки на температуру и давление приведен в 11.1.2 для расходомера переменной площади с постоянным перепадом давления.

9.2 Подготовка оборудования для отбора проб

В чистом помещении с низким уровнем загрязнения кадмием выполняют перечисленные далее действия.

9.2.1 Перед использованием пробоотборники (см. 8.1) необходимо очистить. Для этого их следует разобрать, поместить в раствор лабораторного моющего средства (см. 7.10), далее тщательно промыть водой (см. 7.1), протереть впитывающей тканью и высушить перед сборкой.

9.2.2 Загружают подложки для отбора проб (см. 8.2), такие как фильтры или пенопласт, в чистые сухие пробоотборники (см. 8.1) с помощью чистых пинцетов с плоским концом (см. 8.5.3). Подсоединяют готовый пробоотборник к насосу для отбора проб (см. 8.3) с помощью гибкой трубки (см. 8.5.1), обеспечив отсутствие утечек. Включают пробоотборный насос, прикрепляют калиброванный расходомер (см. 8.4) к пробоотборнику таким образом, чтобы он измерял поток через входное(ые) отверстие(я) пробоотборника, и устанавливают соответствующий расход (см. 9.1.1) с погрешностью не более $\pm 5\%$. Выключают насос для отбора проб и закрывают пробоотборник защитной крышкой или заглушкой, чтобы предотвратить загрязнение во время его транспортирования к месту отбора проб.

При необходимости в зависимости от типа пробоотборного насоса предварительно прогревают насос (следуют руководству по эксплуатации).

9.3 Отбор проб

9.3.1 Для индивидуального отбора проб закрепляют пробоотборник (см. 8.1) на лацкане работника, в зоне дыхания и как можно ближе ко рту и носу, насколько это практически возможно. Затем либо помещают пробоотборный насос (см. 8.3) в удобный карман, либо прикрепляют его к рабочему таким образом, чтобы он причинял минимум неудобств, например, к ремню (см. 8.5.2) на талии. При стационарном отборе располагают пробоотборник на месте отбора проб.

Примечание — Зона дыхания определена в *ГОСТ Р ИСО 4225* как пространство вокруг лица работника. Для технических целей зона дыхания — это полушарие (обычно принятое за радиусом 0,3 м), расположенное перед лицом человека, с центром в средней точке линии, соединяющей уши; основание полушария — плоскость, проходящая через эту линию, верх головы и гортань.

9.3.2 В начале отбора проб снимают защитную крышку или заглушку с пробоотборника (см. 8.1) и включают насос для отбора проб. Записывают время начала отбора проб и, если насос для отбора проб имеет индикатор прошедшего времени, устанавливают его на ноль. При необходимости (см. 9.1.3.1) измеряют температуру и давление воздуха рабочей зоны в начале отбора проб с помощью термометра (см. 8.5.6) и барометра (см. 8.5.5) и записывают измеренные значения.

Примечание — При необходимости измеряют относительную влажность с помощью гигрометра.

9.3.3 Для исключения загрязнения подложки для отбора проб (см. 8.2) следует проверять работу пробоотборника (см. 8.1) минимум один раз в час. С помощью калиброванного расходомера (см. 8.4) измеряют расход с погрешностью не более 5 % и, если необходимо (см. 9.1.3.1), измеряют температуру воздуха с помощью термометра (см. 8.5.6) и атмосферное давление с помощью барометра (см. 8.5.5). Записывают измеренные значения.

Примечание — Регулярное наблюдение за индикатором нарушения потока является приемлемым средством обеспечения удовлетворительного поддержания расхода пробоотборного насоса со стабилизированным потоком при условии, что индикатор нарушения потока указывает на неисправность, когда расход находится за пределами $\pm 5\%$ от допустимого значения.

9.3.4 Если расход не поддерживается в пределах $\pm 5\%$ от номинального значения в течение периода отбора проб, отбор прекращают и считают пробу недействительной.

9.3.5 По окончании периода отбора проб (см. 9.1.2) измеряют расход с погрешностью не более $\pm 5\%$ с помощью калиброванного расходомера (см. 8.4), выключают насос для отбора проб (см. 8.3) и записывают расход и время. Следует внимательно наблюдать за показаниями индикатора прошедшего времени, если он установлен. Пробу считают недействительной, если показания индикатора прошедшего времени и временной интервал между включением и выключением пробоотборного насоса не совпадают в пределах $\pm 5\%$, поскольку это указывает на неисправность насоса для отбора проб. Пробоотборник (см. 8.1) закрывают защитной крышкой или заглушкой и отсоединяют его от пробоотборного насоса. При необходимости (см. 9.1.3.1) измеряют температуру и давление в конце периода отбора проб с помощью термометра (см. 8.5.6) и барометра (см. 8.5.5) и записывают измеренные значения.

9.3.6 Тщательно соблюдают идентичность пробы и все соответствующие данные по отбору (см. раздел 13). Рассчитывают средний расход путем усреднения результатов измерений расхода, полученных за период отбора проб. Рассчитывают объем отобранной пробы воздуха, выраженный в дм^3 ,

при температуре и давлении воздуха рабочей зоны путем умножения средней скорости потока, выраженной в $\text{дм}^3/\text{мин}$, на время отбора проб в минутах.

9.3.7 Из каждой партии из 10 проб представляют на анализ не менее двух неиспользованных подложек для отбора проб (см. 8.2) из той же партии, которая использовалась для отбора проб. Подложки для холостых проб подвергают той же процедуре, что и отобранные пробы, за исключением пропуска через них воздуха.

9.4 Транспортирование проб

В чистом помещении с низким уровнем загрязнения кадмием выполняют следующие действия.

9.4.1 Для пробоотборников (см. 8.1), использующих подложку для отбора проб (см. 8.2), удаляют подложку для отбора проб из каждого пробоотборника с помощью чистых пинцетов с плоским концом (см. 8.5.3), помещают в маркированную транспортную кассету (см. 8.5.4) и закрывают крышкой.

9.4.2 Для пробоотборников (см. 8.1), имеющих внутреннюю кассету, извлекают кассету из каждого пробоотборника, закрепляют транспортировочным зажимом, поставляемым изготовителем, соответствующим образом маркируют.

9.4.3 Для пробоотборников (см. 8.1), сконструированных таким образом, что они не имеют внутренней кассеты, а также для пробоотборников с одноразовой кассетой транспортирование пробы в лабораторию проводится в пробоотборниках, в которых они были отобраны.

9.4.4 Следует транспортировать транспортные кассеты (см. 8.5.4) или пробоотборники (см. 8.1 и 9.4.3) в контейнерах, конструкция которых позволяет предотвратить повреждение проб при транспортировании, и которые имеют маркировку, обеспечивающую правильное обращение.

10 Порядок проведения анализа

10.1 Очистка стеклянной посуды и полипропиленовых емкостей

10.1.1 Перед использованием очищают всю стеклянную посуду, поместив ее в раствор лабораторного моющего средства (см. 7.10), а затем тщательно промывают водой (см. 7.1).

10.1.2 После первоначальной очистки (см. 10.1.1) все химические стаканы, использованные в процедуре разложения пробы, указанной в 10.2.2, очищают горячей азотной кислотой. Заполняют на одну треть емкости концентрированной азотной кислотой (см. 7.2), накрывают часовым стеклом (см. 8.6.1.4), нагревают примерно до $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ на плитке (см. 8.6.4) в вытяжном шкафу в течение 1 ч, дают остыть, а затем тщательно промывают водой (см. 7.1).

10.1.3 После первоначальной очистки (см. 10.1.1) всю стеклянную посуду, кроме мензурок, использованную в процедуре разложения пробы, указанной в 10.2.2, очищают путем замачивания в азотной кислоте, разбавленной в соотношении 1:9 (см. 7.4), не менее чем на 24 ч и затем тщательно промывают водой (см. 7.1).

10.1.4 Тщательно промывают стеклянную посуду, предварительно подвергнутую всей процедуре очистки, указанной в 10.1.1, 10.1.2 и 10.1.3, и предназначенную для анализа на кадмий приведенным методом, сначала азотной кислотой, разбавленной 1:9 (см. 7.4), а затем водой (см. 7.1).

10.1.5 Перед использованием полипропиленовую емкость (см. 8.6.2.2) очищают путем замачивания в азотной кислоте, разбавленной в соотношении 1:9 (см. 7.4), не менее 24 ч, а затем тщательно промывают водой (см. 7.1).

10.2 Приготовление растворов проб и растворов холостой пробы

10.2.1 Вскрывают кассеты для транспортирования фильтров (см. 8.5.4), кассеты для отбора проб (см. 9.4.2) или пробоотборники (см. 8.1 и 9.4.3) и с использованием чистых пинцетов (см. 8.5.3) переносят каждую пробу, включая подложки для отбора проб (см. 8.2) и собранные твердые частицы, в отдельный чистый, маркированный стакан емкостью 50 см^3 (см. 8.6.1.1). Если используемый пробоотборник относится к тому типу, в котором внутренние осаждения частиц считаются частью пробы, то любые частицы материала, осевшие на внутренних поверхностях, следует смывать в химический стакан, используя минимальный объем воды (см. 7.1). Подобную процедуру выполняют и для подложки с холостой пробой (см. 9.3.7).

10.2.2 В каждый стакан добавляют по 5 см^3 азотной кислоты, разведенной в соотношении 1:1 (см. 7.3), частично накрывают часовым стеклом (см. 8.6.1.4) и нагревают примерно до $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ на элек-

тропелитке (см. 8.6.4) в вытяжном шкафу до полного растворения субстрата с подложки для отбора проб (см. 8.2) и уменьшения общего объема примерно до 1 см³. Затем снимают стаканы с плитки и охлаждают растворы.

При использовании фильтров из стекловолокна или кварцевого волокна используют лабораторную посуду из политетрафторэтилена и добавляют плавиковую кислоту (см. 7.5) для растворения фильтров перед добавлением азотной кислоты, разбавленной в соотношении 1:1 (см. 7.3). В таком случае процедуру, приведенную в 10.3.1, следует изменить, чтобы приготовить калибровочные растворы в плавиковой кислоте, разбавленной 1:9. Кроме того, если испытуемые растворы анализируются с использованием пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии, необходимо использовать распылитель, устойчивый к воздействию растворами плавиковой кислоты.

Примечание — Точная температура плиты не имеет решающего значения. В методике используют температуру 150 °С, поскольку она достаточно высока для того, чтобы жидкость испарялась с приемлемой скоростью, и в то же время недостаточно высока для испарения жидкости с такой скоростью, при которой существует значительный риск непреднамеренного испарения всего раствора и запекания остатка.

10.2.3 Тщательно промывают часовое стекло и стенки каждого стакана водой (см. 7.1) и количественно переносят каждый раствор в мерную колбу с одной отметкой емкостью 10 см³ (см. 8.6.1.7).

При необходимости удаляют нерастворенные твердые частицы, фильтруя раствор через целлюлозный (бумажный) фильтр, предварительно промытый азотной кислотой, разведенной в соотношении 1:9 (см. 7.4), а затем водой (см. 7.1).

В завершение доводят раствор в мерной колбе до метки водой (см. 7.1), закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

10.3 Анализ методом пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии

10.3.1 Общие положения

В [2] показано, что на измерения атомной абсорбции кадмия в пламени существенно не влияют изменения концентраций азотной кислоты в диапазоне от 1:19 азотной кислоты до 1:3 азотной кислоты.

10.3.2 Приготовление калибровочных растворов

Готовят не менее шести калибровочных растворов, включая калибровочный раствор с нулевым значением концентрации, чтобы охватить диапазон от 0 до 1000 мкг/см³. В отдельные маркированные мерные колбы емкостью 100 см³ (см. 8.6.1.7) добавляют по 20 см³ азотной кислоты, разведенной в соотношении 1:1 (см. 7.3). В каждую колбу с помощью пипетки (см. 8.6.1.5) аккуратно добавляют соответствующий объем рабочего стандартного раствора кадмия А (см. 7.7), доводят до метки водой (см. 7.1), закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Готовят свежие калибровочные растворы как минимум каждую неделю.

Примечание — Диапазон значений калибровочных растворов указан в качестве ориентира. Верхний предел рабочего диапазона зависит от используемой длины волны, а также от инструментальных факторов, влияющих на чувствительность и линейность калибровки. Соответственно, диапазон значений калибровочных растворов можно изменять при условии, что отклик спектрометра в альтернативном диапазоне выбранных концентраций соответствует ограничениям на кривизну, указанным в 10.3.3.3.

10.3.3 Калибровка

10.3.3.1 Настраивают атомно-абсорбционный спектрометр (см. 8.6.5) для измерения оптической плотности на длине волны 228,8 нм, используя пламя окисляющего воздуха/ацетилен. При необходимости используют коррекцию фона для неспецифического затухания. По конкретным параметрам работы приборов следуют рекомендациям производителя.

Примечание — В настоящем стандарте указано использование линии кадмия 228,8 нм, поскольку единственной альтернативой является линия кадмия 326,1 нм, которая имеет гораздо более низкую чувствительность. Чувствительность, определяемая как концентрация, необходимая для получения сигнала с оптической плотностью 1 % или 0,0044 единиц оптической плотности, составляет около 0,02 мкг/см³ Cd для линии кадмия 228,8 нм.

10.3.3.2 Регулируют ноль спектрометра, распыляя калибровочный раствор с нулевым значением (см. 9.3.1) в пламя. Повторяют процедуру регулярно на протяжении всей калибровки и корректируют ноль при отклонении базовой линии. Затем распыляют в пламя калибровочные растворы (см. 10.3.1) и измеряют поглощение для каждого раствора.

Примечание — Использование автосамплера для подачи калибровочных растворов в атомно-абсорбционный спектрометр (см. 8.6.5) повышает точность измерений оптической плотности и уменьшает объем потребляемого раствора.

10.3.3.3 Для приборов, управляемых микропроцессором или персональным компьютером, используют подходящий алгоритм для генерации функции калибровки. Для приборов, не имеющих такой возможности, строят калибровочный график по зависимости оптической плотности калибровочных растворов (см. 10.3.1) от концентрации кадмия, выраженной в мкг/см^3 , в соответствующих растворах.

Примечание — Измерения следует проводить в линейном диапазоне значений, где поглощение пропорционально концентрации кадмия в растворе. Однако допускают определенную кривизну, при этом наклон верхнего значения 20 % калибровочной кривой должен составлять не менее 70 % наклона нижних 20 %, рассчитанных таким же образом. Если полученная калибровка не соответствует этим ограничениям по кривизне, целесообразно подготовить новый набор калибровочных растворов с концентрациями кадмия ниже рекомендованных в 10.3.1.

10.3.4 Методика определения

10.3.4.1 Перед началом работы следует отрегулировать ноль спектрометра, распыляя калибровочный раствор нулевого значения (см. 10.3.1) в пламя. Эту процедуру повторяют регулярно на протяжении всего определения, а также при отклонении базовой линии. Затем проводят измерения для каждого раствора пробы и холостого раствора (см. 10.2.3). Для приборов, управляемых микропроцессором или персональным компьютером, используют функцию калибровки (см. 10.3.3.3) для расчета концентрации кадмия в растворах пробы и непосредственно считывают результаты в единицах концентрации. Для приборов, не имеющих такой возможности, концентрацию кадмия в растворах проб определяют по градуировочному графику (см. 10.3.3.3).

Примечание — Использование автосамплера для подачи растворов пробы на атомно-абсорбционный спектрометр (см. 8.6.5) может повысить точность результатов и уменьшить объем используемого раствора.

10.3.4.2 Отбирают калибровочный раствор со средним значением диапазона после каждых пятидесяти проб и проводят измерение оптической плотности. Если чувствительность меняется более чем на $\pm 5\%$, проводят одну из следующих корректировок: используют доступные программные средства микропроцессора или персонального компьютера для коррекции изменения чувствительности (изменения угла наклона) или приостанавливают анализ и повторно калибруют спектрометр, как указано в 10.3.3.2 и 10.3.3.3. В обоих случаях повторно анализируют растворы проб, которые измерялись в течение периода, когда произошло изменение чувствительности.

10.3.4.3 При обнаружении низких концентраций кадмия следует рассмотреть возможность расширения шкалы, поскольку в некоторых случаях это может повысить точность измерений, проводимых вблизи предела обнаружения.

10.3.4.4 При обнаружении высоких концентраций кадмия растворы проб следует разбавить до приведения концентрации в пределы калибровочного диапазона (см. 10.2.3). Все разведения должны проводиться с учетом, что конечная концентрация азотной кислоты должна составить 1:9 (см. 7.4), и записывают коэффициент разведения F .

10.3.4.5 Рассчитывают среднюю концентрацию кадмия в холостых растворах.

10.3.4.6 Если концентрация кадмия в растворах пробы менее $0,05 \text{ мкг/см}^3$ (см. 10.2.3), следует рассмотреть возможность повторения анализа с использованием электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии (см. 10.4), поскольку этот метод дает более точные измерения при низких концентрациях.

10.4 Анализ методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии

10.4.1 Общие сведения

Кадмий присутствует в окружающей среде в небольших количествах, поэтому очень важно соблюдать общие требования по чистоте лабораторного оборудования. Это особенно важно при проведении электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии, поскольку этот метод обладает очень низким пределом обнаружения. Следует убедиться, что вся стеклянная посуда тщательно очищена перед использованием в соответствии с 10.1 и что виалы автосамплера (см. 8.6.7) хранятся в азотной кислоте, разбавленной 1:9 (см. 7.4), до тех пор, пока они не потребуются.

10.4.2 Приготовление рабочих калибровочных растворов

10.4.2.1 Готовят рабочий калибровочный раствор с концентрацией кадмия $2,5 \text{ нг/см}^3$. С помощью пипетки (см. 8.6.1.5) аккуратно добавляют $0,25 \text{ см}^3$ рабочего стандартного раствора кадмия В (см. 7.8) в мерную колбу с одной отметкой емкостью 100 см^3 (см. 8.6.1.7). Далее добавляют около 50 см^3 воды (см. 7.1) и 20 см^3 азотной кислоты, разведенной в соотношении 1:1 (см. 7.3), и перемешивают. Раствор охлаждают, доводят водой до метки (см. 7.1), закрывают пробкой и тщательно перемешивают.

Готовят свежий раствор как минимум каждую неделю.

10.4.2.2 Готовят рабочий калибровочный холостой раствор, следуя процедуре, описанной в 10.4.2.1, но исключая $0,25 \text{ см}^3$ рабочего стандартного раствора кадмия В (см. 7.8).

Готовят свежий раствор как минимум каждую неделю.

10.4.3 Калибровка и определение

10.4.3.1 Настраивают атомно-абсорбционный спектрометр (см. 8.6.5) и электротермический распылитель (см. 8.6.6) для определения кадмия на длине волны $228,8 \text{ нм}$, используя поправку на фон на неспецифическое затухание. Для введения конкретных рабочих параметров следуют рекомендациям производителя.

Дополнительная информация приведена в приложении А.

Примечание — Рабочие параметры электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии значительно различаются между различными приборами в гораздо большей степени, чем для пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии. Типичные рабочие параметры приведены в таблицах А.1, А.2 и А.3. Характеристическая масса, определяемая как количество пикограмм, необходимое для получения $0,0044$ секунды поглощения, обычно составляет около 1 пг для кадмия. Это эквивалентно концентрации раствора пробы $\text{Cd } 0,05 \text{ нг/см}^3$ кадмия для объема распыленного раствора пробы $0,020 \text{ см}^3$.

10.4.3.2 Программируют автосамплер на приготовление стандартных растворов с матрицей-модификатором, растворов проб и холостых испытательных растворов *in situ* на платформе из пиролитического графита, установленной в графитовой трубке с пиролитическим покрытием электротермического распылителя (см. 8.6.6). Готовят не менее шести калибровочных растворов с матрицей-модификатором, чтобы охватить диапазон Cd от 0 до $2,5 \text{ нг/см}^3$, используя рабочий калибровочный раствор (см. 10.4.2.1), рабочий калибровочный холостой раствор (см. 10.4.2.2) и раствор матрицы-модификатора (см. 7.9). Готовят пробу с раствором матрицы-модификатора и холостой раствор, используя растворы пробы, холостой раствор (см. 10.2.3) и раствор матрицы-модификатора (см. таблицу А.3, где указаны типичные объемы подачи автосамплера.)

Если результаты, полученные методом пламенной атомно-абсорбционной спектроскопии (см. 10.4.2.6), показывают, что концентрация кадмия превышает верхний предел калибровочного диапазона для электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии, растворы проб следует разбавить (см. 10.3.4.6) и анализировать методом электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии (см. 10.4.2.2).

Примечания

1 Приведенную выше процедуру можно изменить для использования электротермических распылителей альтернативной конструкции.

2 Калибровочные растворы и растворы проб с модифицированной матрицей могут быть приготовлены в мерных колбах с одной отметкой (см. 8.6.1.7) в качестве альтернативы приготовлению *in situ* с использованием автосамплера.

10.4.3.3 Настраивают аналитическую последовательность в микропроцессоре или персональном компьютере. Указывают соответствующее количество повторных анализов для каждого раствора, в том числе холостого раствора и калибровочного раствора со средним значением диапазона измерения после каждых пяти—десяти проб растворов для контроля дрейфа базовой линии и изменения чувствительности соответственно.

10.4.3.4 Помещают рабочий калибровочный раствор (см. 10.4.2.1), рабочий калибровочный холостой раствор (см. 10.4.2.2), раствор матрицы-модификатора (см. 7.9) и растворы проб в отдельные, промытые кислотой виалы (см. 8.6.7), соответствующим образом на карусели автосамплера (см. 10.2.3). Анализируют калибровку с модифицированной матрицей и растворы проб, используя микропроцессор или программное обеспечение для персонального компьютера, чтобы сгенерировать калибровку и получить прямое считывание результатов пробы и холостого анализа, выраженное в нг/см^3 .

10.4.3.5 Если в ходе анализа наблюдается значительный дрейф базовой линии или если чувствительность изменилась более чем на $\pm 5 \%$, проводят одну из следующих корректировок: используют

имеющиеся программные средства микропроцессора или персонального компьютера для коррекции изменения чувствительности (изменения угла наклона) или приостанавливают анализ и повторно калибруют спектрометр, как указано в 10.4.3.4. В обоих случаях следует повторно проанализировать растворы проб, которые измерялись в течение периода, когда произошло изменение чувствительности.

10.4.3.6 Если обнаруживают концентрации кадмия выше верхнего предела градуировочного диапазона (см. 10.4.2.2), разбавляют растворы проб до приведения их в пределы градуировочного диапазона и повторяют анализ.

Все разведения следует проводить, чтобы конечная концентрация азотной кислоты составляла 1:9 (см. 7.4), и записывают коэффициент разведения F .

В качестве альтернативы концентрацию кадмия можно привести в пределы калибровочного диапазона, используя уменьшенную аликвоту раствора пробы (см. таблицу А.2).

10.4.3.7 Рассчитывают среднюю концентрацию кадмия в холостых растворах.

10.5 Оценка инструментального предела обнаружения

10.5.1 Оценивают инструментальный предел обнаружения в рабочих условиях, следуя методике, указанной в 10.5.2 и 10.5.3. Повторяют оценку при любом изменении условий.

10.5.2 Готовят раствор сравнения в концентрации Cd 0,01 мкг/см³ для пламенного атомно-абсорбционного спектрометрического анализа и 0,1 нг/см³ для электротермического атомно-абсорбционного анализа, разбавляя рабочий стандартный раствор кадмия В (см. 7.8). Следует учитывать разведение, чтобы конечная концентрация азотной кислоты составила 1:9 (см. 7.4).

10.5.3 Проводят не менее 20 измерений оптической плотности эталонного раствора (см. 10.5.2) и рассчитывают инструментальный предел обнаружения, используя стандартные статистические методы.

Предел обнаружения атомно-абсорбционного метода определяется как концентрация аналита, для которой поглощение имеет значение, в k раз превышающее стандартное отклонение серии показаний, измеренных в растворе, концентрация которого отчетливо обнаруживается или близко к значению холостого раствора (k обычно принимается равным 2 или 3). Для целей настоящего стандарта k следует принимать равным 3.

Примечание — Предел обнаружения, рассчитанный по результатам, полученным с использованием процедуры, указанной в 10.5.2 и 10.5.3, является инструментальным пределом обнаружения. Это необходимое значение для выявления изменений в работе прибора, но оно не является пределом обнаружения метода и, вероятно, будет нереалистично низким, поскольку учитывается только изменчивость между показаниями приборов. Определения, сделанные для одного раствора, не учитывают изменчивость матрицы или отбора проб. Более реалистичный предел обнаружения для аналитической процедуры, указанной в настоящем стандарте, можно получить, проведя измерения как минимум на 10 холостых растворах (см. 9.3.7). Стандартное отклонение таких измерений, выполненных в течение более длительного интервала времени, чем между последовательными калибровками, можно использовать для оценки предела обнаружения метода.

11 Выражение результатов

11.1 Расчеты

11.1.1 Рассчитывают массовую концентрацию кадмия в пробе воздуха ρ_{Cd} , мкг/см³, в воздухе рабочей зоны по формуле

$$\rho_{\text{Cd}} = \frac{(\rho_{\text{Cd},1} \cdot V_1 \cdot F) - (\rho_{\text{Cd},0} \cdot V_0)}{V}, \quad (1)$$

где $\rho_{\text{Cd},0}$ — средняя концентрация кадмия в холостых растворах (см. 10.3.4.5 или 10.4.3.7), мкг/см³;

$\rho_{\text{Cd},1}$ — концентрация кадмия в растворе пробы (см. 10.3.4.1 или 10.4.3.4), мкг/см³;

V — объем пробы воздуха, дм³;

V_0 — объем холостого исследуемого раствора, см³ [10 см³ (см. 10.2.3)];

V_1 — объем раствора пробы, см³ [10 см³ (10.2.3)];

F — коэффициент разбавления, используемый в 10.3.4.4 или 10.4.3.6 ($F = 1$ в отсутствие разбавления).

Для низких концентраций кадмия в воздухе, определенных методом электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии, рекомендуется рассчитывать результаты в мкг/м³, используя концентрации раствора в нг/см³ в приведенной выше формуле.

11.1.2 В некоторых случаях необходимо внести поправку на температуру и давление для указанной скорости потока пробы (см. 9.1.3.2). Типичным примером необходимости такой коррекции является случай, когда используемый пробоотборный насос включает в себя расходомер переменной площади с постоянным перепадом давления, который был откалиброван и использовался для измерения расхода в 9.3.2, 9.3.3 и 9.3.5. В этом случае используют следующую формулу для расчета объема проб воздуха, V_{corr} , дм³, с учетом поправки на температуру и давление:

$$V_{corr} = q_v \cdot t \sqrt{\frac{p_1 \cdot T_2}{p_2 \cdot T_1}}, \quad (2)$$

где q_v — средний расход, дм³/мин;

t — время отбора проб, мин;

p_1 — атмосферное давление, при калибровке расходомера пробоотборного насоса, кПа;

p_2 — среднее атмосферное давление за период отбора проб, кПа;

T_1 — температура во время калибровки расходомера пробоотборного насоса, К;

T_2 — средняя температура за период отбора проб, К.

При необходимости следует внести поправки на изменение температуры и давления. Необходимо следовать инструкции по эксплуатации.

11.1.3 При необходимости (см. 9.1.3.1) рассчитывают массовую концентрацию кадмия в пробе воздуха при нормальных температуре и давлении (273 К и 101,3 кПа соответственно) по формуле

$$\rho_{Cd, corr} = \rho_{Cd} \cdot \frac{101,3 T_2}{p_2 \cdot 273}, \quad (3)$$

где ρ_{Cd} — массовая концентрация кадмия в пробе воздуха рабочей зоны, мг/м³;

T_2 — средняя температура за период отбора проб, К;

p_2 — среднее атмосферное давление за период отбора проб, кПа;

101,3 — стандартное атмосферное давление, кПа;

273 — стандартная температура, К.

11.2 Эффективность метода

11.2.1 Лабораторные эксперименты показывают, что аналитический метод не демонстрирует значительной систематической ошибки. Среднее аналитическое извлечение кадмия из целлюлозных фильтров в диапазоне от 0,15 до 96 мкг кадмия было определено (см. [2]) как 100,3 % с использованием пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии, а среднее аналитическое извлечение для целлюлозных фильтров в диапазоне от 0,01 до 0,6 мкг кадмия было определено (см. [2]) как 97,9 % с использованием электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии.

Примечание — Если процедура, указанная в 10.2.2, неэффективна для разложения твердых частиц соединений кадмия, присутствующих в испытательной атмосфере, и не использовалась альтернативная, допускается применение особых условий (см. 12.1).

11.2.2 В ходе лабораторных экспериментов было установлено, что составляющая коэффициента вариации метода, возникающая из-за аналитической изменчивости (см. [2]), $CV_{analysis}$, составляет менее 10 % для проб в диапазоне от 0,15 до 1 мкг и менее 3 % для проб в диапазоне от 1 до 96 мкг с использованием пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии, а также менее 5 % — для проб в диапазоне от 0,01 до 0,6 мкг с использованием электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии.

Примечание — Повторяемость атомно-абсорбционного метода на данном уровне определяется как согласованность между последовательными результатами, полученными с использованием одного и того же метода на идентичном материале, представленном для испытания в одних и тех же условиях (один и тот же оператор, одно и то же оборудование, один и тот же набор реагентов, та же лаборатория).

11.2.3 Расширенная неопределенность метода, в соответствии с ГОСТ Р 59670, установлена (см. [2]) менее 25 % для проб в диапазоне от 0,15 до 1 мкг и менее 15 % для проб в диапазоне от 1 до

96 мкг с использованием пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии, и менее 17 % — для проб в диапазоне от 0,01 до 0,6 мкг с использованием электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии.

При этом предполагается, что коэффициент вариации метода, возникающий из-за изменчивости пробоотборника между образцами (см. 8.1), CV_{inter} пренебрежимо мал и что коэффициент вариации метода, возникающий из-за изменчивости расхода, CV_{flow} ограничен 5 % (см. 9.3.4).

Эти значения находятся в пределах требований, установленных *ГОСТ Р 59670* для расширенной неопределенности измерений для сравнения с предельными значениями (см. далее).

Примечание — В *ГОСТ Р 59670* приведены общие требования к выполнению процедур измерения содержания химических веществ в воздухе рабочей зоны. Верхние пределы приемлемости относительной общей неопределенности указаны для ряда задач измерения, и их можно использовать в качестве руководства для целей настоящего стандарта. Требования *ГОСТ Р 59670* менее строгие для скрининговых измерений, чем для измерений сравнения с предельными значениями; также указанные требования являются менее строгими для измерений для сравнения с предельными значениями, когда они проводятся в диапазоне от 0,1 до 0,5-кратного предельного значения воздействия (общая неопределенность менее 50 %), чем когда они выполняются в диапазоне, до 2,0 раза превышающем предельное значение воздействия (расширенная неопределенность менее 30 %).

11.2.4 Эффективность отбора проб, равная 1,00, была определена (см. [13]) на этапе отбора на фильтр (с использованием целлюлозных фильтров) для аэрозолей оксида кадмия, полученных в лаборатории.

11.3 Предел обнаружения и рабочий диапазон

11.3.1 Качественные и количественные инструментальные пределы обнаружения кадмия, определяемые как трехкратное и десятикратное стандартное отклонение измерений оптической плотности, выполненных, как описано в 10.5, оцениваются (см. [2]) как 0,0036 и 0,012 мкг/см³ для пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии; а также 0,071 и 0,24 нг/см³ для электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии. Для объема пробы воздуха, равного 30 дм³, и объема раствора пробы 10 см³ концентрации кадмия в воздухе соответствуют 1,2 и 4 мкг/м³ для пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии и 0,024 и 0,08 мкг/м³ для электротермической атомно-абсорбционной спектрометрии.

11.3.2 Рабочий диапазон метода составляет примерно 0,0025—0,025 мкг кадмия на пробу для электротермической абсорбционной спектрометрии и 0,125—10 мкг кадмия на пробу для пламенной атомно-абсорбционной спектрометрии без разбавления.

12 Особые случаи

12.1 Если есть какие-либо сомнения в пригодности процедуры мокрого озоления, указанной в 10.2.2, для разложения твердых соединений кадмия, которые могут присутствовать в воздухе рабочей зоны, определяют ее эффективность путем анализа пробы с известным содержанием кадмия. Если эффективность восстановления менее 95 %, используют альтернативную, более точную, процедуру разложения, не указанную в настоящем стандарте. Поправочные коэффициенты для компенсации неэффективной процедуры не используют, поскольку это также может привести к ошибочным результатам.

Примечание — При планировании эксперимента по определению эффективности процедуры мокрого озоления гранулометрический состав объемной пробы может оказывать важное влияние на эффективность ее растворения. Кроме того, малое количество вещества гораздо легче растворимо, чем большое количество.

12.2 Было обнаружено, что только кремний оказывает какое-либо химическое влияние на атомно-абсорбционное определение кадмия (см. [11]) и он не растворяется в процедуре мокрого озоления, указанной в 10.2.2.

12.3 Линия кадмия 228,8 нм подвержена возможной спектральной интерференции со стороны мышьяка (см. [14]).

13 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать необходимые элементы, определенные в ГОСТ ISO/IEC 17025, а также следующую информацию:

- заявление о конфиденциальности предоставленной информации при необходимости;
- полную идентификацию пробы воздуха, включая дату отбора пробы, место отбора пробы, тип пробы (индивидуальная или стационарная), или сведения о личности человека, из зоны дыхания которого была отобрана проба (или другой личный идентификатор), либо о местонахождении пробы воздуха (для стационарного отбора), краткое описание трудовой деятельности, которая осуществлялась в период отбора проб, и уникальный идентификационный код отбора;
- ссылку на настоящий стандарт и на использованный атомно-абсорбционный спектрометрический метод (пламенный или электротермический);
- сведения о марке, типе и диаметре используемых подложек для отбора проб (см. 8.2);
- сведения о марке и типе используемого пробоотборника (см. 8.1);
- сведения о марке и типе используемого пробоотборного насоса и его идентификация;
- сведения о марке и типе используемого расходомера, первичном эталоне, по которому проверялась калибровка расходомера, диапазоне скоростей потока, в котором проверялась калибровка расходомера, а также атмосферной температуре и давлении, при которых проводилась калибровка расходомера, при необходимости;
- сведения о времени в начале и конце периода отбора проб, а также продолжительности периода отбора проб в минутах;
- сведения о средней скорости потока за период отбора проб, $\text{дм}^3/\text{мин}$;
- сведения о средних атмосферных температуре и давлении в течение периода отбора проб при необходимости (см. 9.1.3.1);
- сведения об объеме отобранной пробы воздуха, дм^3 ;
- сведения об имени лица, отбравшего пробу;
- сведения об усредненной по времени массовой концентрации кадмия, обнаруженной в пробе воздуха, выраженной в $\text{мг}/\text{м}^3$, при температуре и давлении в рабочей зоне или при необходимости приведенной к нормальным условиям;
- сведения об аналитических переменных, используемых в 10.1 для расчета результата, включая концентрации кадмия в растворе пробы и холостых растворах, объем раствора пробы и холостого раствора, а также коэффициент разбавления.

П р и м е ч а н и е — Если необходимые данные (например, объем отобранной пробы воздуха) недоступны лаборатории для проведения вышеуказанных расчетов, лабораторный отчет может содержать аналитический результат в микрограммах кадмия на пробу;

- сведения о типе(ах) прибора(ов), используемого(ых) для подготовки и анализа проб, и уникальных идентификаторах;
- сведения о расчетном пределе обнаружения метода в рабочих аналитических условиях (см. 10.5.3);
- сведения о любой операции, не указанной в настоящем стандарте или рассматриваемой как необязательная;
- ФИО лаборанта(ов) [или другой(ие) уникальный(ые) идентификатор(ы)];
- дату анализа;
- сведения о любых непреднамеренных отклонениях, необычных явлениях или других заметных наблюдениях.

Приложение А
(справочное)

**Рабочие параметры определения кадмия методом электротермической
атомно-абсорбционной спектроскопии**

Рабочие параметры приведены в таблицах А.1, А.2 и А.3.

Таблица А.1 — Типичный режим, время интегрирования, коррекция фона и объемы распыления (без использования автосамплера)

Тип	Номер серии
Режим	Площадь пика
Время интегрирования	5 с
Коррекция фона	Зееман
Объемы распыления	20 см ³ раствора сравнения или пробы и 10 см ³ раствора матрицы-модификатора (см. 7.9)

Таблица А.2 — Типичный температурный профиль для определения кадмия методом электротермической атомно-абсорбционной спектроскопии

Этап	Время изменения скорости, с	Время удержания, с	Температура печи, °С	Поток аргона, см ³ /мин	Считывание
1 Сушение	40	30	120	300	
2 Озоление	10	20	850	300	
3 Остывание	1	15	20	300	
4 Распыление	0	5	1650	0	а
5 Очистка	1	5	2600	300	

^а Этап, где происходит считывание.

Таблица А.3 — Типичные объемы распыления автосамплера для приготовления стандартных растворов *in situ* и растворов проб с матрицей-модификатором

Раствор матрицы-модификатора ^а	Объем рабочего стандартного раствора, мм ³	Объем рабочего стандартного холостого раствора, мм ³	Объем раствора матрицы-модификатора, мм ³	Объем раствора пробы, мм ³
0 нг/см ³ раствора сравнения	—	20	10	—
0,5 нг/см ³ раствора сравнения	4	16	10	—
1,0 нг/см ³ раствора сравнения	8	12	10	—
1,5 нг/см ³ раствора сравнения	12	8	10	—
2,0 нг/см ³ раствора сравнения	16	4	10	—
2,5 нг/см ³ раствора сравнения	20	—	10	—
Раствор пробы	—	—	10	
Разбавление раствора пробы	—	20—x	10	x

^а Концентрации кадмия в стандартных растворах с матрицей-модификатором являются условными, поскольку они относятся к объему раствора пробы 20 мм³; т. е. объем раствора матрицы-модификатора 10 мм³ игнорируется.

**Приложение ДА
(справочное)**

Сведения о соответствии ссылочных национальных и межгосударственных стандартов международным стандартам, использованным в качестве ссылочных в примененном международном стандарте

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного национального, межгосударственного стандартов	Степень соответствия	Обозначение и наименование ссылочного международного стандарта
ГОСТ 1770—74 (ИСО 1042—83, ИСО 4788—80)	MOD	ISO 1042:1983 «Посуда лабораторная стеклянная. Мерные колбы с одной меткой»
ГОСТ 29169—91 (ИСО 648—77)	MOD	ISO 648:1977 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной меткой»
ГОСТ ISO/IEC 17025—2019	IDT	ISO/IEC 17025:2017 «Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий»
ГОСТ Р 52501—2005 (ИСО 3696:1987)	MOD	ISO 3696:1987 «Вода для лабораторного анализа. Технические требования и методы испытаний»
ГОСТ Р 59670—2021 (ИСО 20581:2016)	MOD	ISO 20581:2016 «Воздух рабочей зоны. Общие требования к методам определения содержания химических веществ»
ГОСТ Р ИСО 7708—2006	IDT	ISO 7708:1995 «Качество воздуха. Определение фракций по крупности частиц для отбора проб в целях охраны здоровья»
ГОСТ Р ИСО 13137—2016	IDT	ISO 13137:2013 «Воздух рабочей зоны. Насосы для отбора проб химических и биологических веществ. Требования и методы испытаний»
ГОСТ Р ИСО 21832—2021	IDT	ISO 21832:2018 «Воздух рабочей зоны. Металлы и металлоиды в частицах, находящихся в воздухе. Требования к оценке процедур измерения»
<p>Примечание — В настоящей таблице использованы следующие условные обозначения степени соответствия стандартов:</p> <ul style="list-style-type: none"> - IDT — идентичные стандарты; - MOD — модифицированные стандарты. 		

Библиография

- [1] World health organization/international agency for research on cancer iarc Monographs on the Evaluation of the Carcinogenic Risk of Chemicals to Humans, Volume 11 — Cadmium, nickel, some epoxides, miscellaneous industrial chemicals and general considerations on volatile anesthetics, IARC, Lyon, France (1976)
- [2] Bradley S.D., Howe A.M. A revised dissolution procedure for the determination of cadmium and its compounds using flame atomic absorption spectrometry or electrothermal atomic absorption spectrometry. IR/L/IS/93/01. HSE, Sheffield, United Kingdom, 1993
- [3] National institute for occupational safety and health Method 7048, Cadmium and Compounds, as Cd; in NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed. (1994)
- [4] ISO 15202-2:2020 Workplace air — Determination of metals and metalloids in airborne particulate matter by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry — Part 2: Sample prep
- [5] ISO 15202-1:2020 Workplace air — Determination of metals and metalloids in airborne particulate matter by inductively coupled plasma atomic emission spectrometry — Part 1: Sampling
- [6] ASTM D8358-21 Standard Guide for Assessment and Inclusion of Wall Deposits in the Analysis of Single-Stage Samplers for Airborne Particulate Matter. ASTM International, W. Conshohocken, PA (2021)
- [7] ISO 8655-1:2022 *Piston-operated volumetric apparatus — Part 1: Terminology, general requirements and user recommendations*
- [8] ISO 8655-6:2022 *Piston-operated volumetric apparatus — Part 6: Gravimetric reference measurement procedure for the determination of volume*
- [9] ISO 8655-2:2022 *Piston-operated volumetric apparatus — Part 2: Pipettes*
- [10] ISO 8655-5:2022 *Piston-operated volumetric apparatus — Part 5: Dispensers*
- [11] De Loos-Vollebregt M.T.C. Background Correction Methods in Atomic Absorption Spectroscopy. In: Encyclopedia of Analytical Chemistry. Wiley, New York, 2006., <https://doi.org/10.1002/9780470027318.a5104>
- [12] ISO 8756:1994 Air quality — Handling of temperature, pressure and humidity data
- [13] Taylor D.G., Kupel R.E., Bryant J.M. Documentation of the NIOSH Validation Tests. U.S. Department of Health, Education, and Welfare, (NIOSH) Publication 77-185 (1977)
- [14] Dean J.A, Rains T.C. Flame Emission and Atomic Absorption Spectroscopy. Marcel Dekker, New York, USA, Vol. 3, 1975

Ключевые слова: воздух рабочей зоны, кадмий, соединения кадмия, атомно-абсорбционный анализ, пламенная и электротермическая атомизация

Редактор *М.В. Митрофанова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *М.И. Першина*
Компьютерная верстка *М.В. Малеевой*

Сдано в набор 24.10.2025. Подписано в печать 11.11.2025. Формат 60×84 $\frac{1}{8}$. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,37.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
www.gostinfo.ru info@gostinfo.ru