

ЗАО «Аквилон»



МЕТОДЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Воздух атмосферный, воздух жилых и общественных зданий

**МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ
И ТОКСИЧНЫХ ЭЛЕМЕНТОВ (Cd, Pb, Cu, Zn, Bi, Tl, Ag, Fe, Se, Co, Ni, As,
Sb, Hg, Mn) В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ, ВОЗДУХЕ ЖИЛЫХ И
ОБЩЕСТВЕННЫХ ЗДАНИЙ
МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ
ПНД Ф 13.2:3.51-06 (издание 2008 г.)**

ФР.1.31.2008.01728

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

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

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

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

МВИ не имеет ограничения срока действия.

МВИ считается подлинником при наличии печати разработчика

Учетный номер экземпляра _____

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

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

1 ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

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

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

2 НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

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

3 ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

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

4 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

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

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

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

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

- электрохимическую очистку измерительного (рабочего) электрода;
- электрохимическое накопление элемента на измерительном электроде;
- электрорастворение накопленного элемента при развертке потенциала при заданных режимах.

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

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

Объем раствора-добавки, вносимого в измеряемую пробу после регистрации вольтамперограмм, подбирают таким образом, чтобы после введения раствора-добавки в пробу высота аналитического пика определяемого элемента на вольтамперограмме увеличивалась в (1,53) раза. Раствор-добавку можно вводить последовательно несколько раз^{*}, однако суммарный объем всех добавок^{*} не должен превышать 10% (2 см³) объема пробы в ячейке.

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

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

5 МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

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

Таблица 1

Наимено- вание элемента	Диапазон из- мерений мас- совой концен- трации, мг/м ³	Показатель точности (границы относительной по- грешности), $\pm\delta$, % при $P=0,95$	Показатель повторяе- мости (от- носитель- ное средне- квадратиче- ское откло- нение по- вторяемо- сти), σ_r , %	Показатель воспроиз- водимости (относи- тельное среднеквад- ратическое отклонение воспроиз- водимости), σ_R , %	Предел по- вторяемо- сти, r^* , %, $P=0,95$, $n=2$
Кадмий	От 0,00020 до 0,0030 вкл.	25	8	11	22
Свинец	От 0,00020 до 0,0030 вкл.	25	8	11	22
Медь	От 0,0005 до 0,010 вкл.	25	9	11	25
Цинк	От 0,0020 до 0,030 вкл.	25	9	11	25
Висмут	От 0,010 до 0,20 вкл.	25	6,5	11	18
Таллий	От 0,00020 до 0,004 вкл.	25	9	11	25
Никель	От 0,00010 до 0,0020 вкл.	25	9	11	25
Кобальт	От 0,00020 до 0,004 вкл.	25	9	11	25
Железо	От 0,020 до 0,5 вкл.	25	4	11	11
Серебро	От 0,0020 до 0,05 вкл.	25	5,5	11	15
Селен	От 0,000030 до 0,0005 вкл.	25	9	11	25
Мышьяк	От 0,0020 до 0,030 вкл.	25	8	11	22
Сурьма	От 0,010 до 0,20 вкл.	25	8	11	22
Ртуть	От 0,00020 до 0,0030 вкл.	25	9	11	25

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

6 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

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

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

7.1 Средства измерений, оборудование, реактивы

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

предел обнаружения ионов кадмия, мг/дм ³	5×10^{-5}
предел допускаемых значений относительного (СКО) случайной составляющей погрешности результатов измерений, %	- не более 4.

7.1.2 ГСО состава водных растворов ионов металлов с аттестованным значением массовой концентрации ионов 1,0 г/дм³ и относительной погрешностью аттестованного значения не более (±1)% (при Р=0,95). Например,

ГСО раствора ионов кадмия 5690 или 7472;
 ГСО раствора ионов свинца 7012 или 7252;
 ГСО раствора ионов таллия 6081;
 ГСО раствора ионов цинка 8053 или 7227;
 ГСО раствора ионов меди 7998 или 7226;
 ГСО раствора ионов висмута 6065.

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

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

7.1.5 Пипетки мерные лабораторные стеклянные 2 класса точности по ГОСТ 29227 и ГОСТ 29169: вместимостью (0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0) см³.

7.1.6 Посуда мерная лабораторная стеклянная 2 класса точности по ГОСТ 1770: колбы мерные наливные вместимостью 25 см³; 50 см³; 100 см³; 500 см³; 1000 см³; ци-

линдры вместимостью 10 см³; 25 см³; 50 см³, 100 см³, 1000 см³; пробирки мерные вместимостью 10 см³; 15 см³; 20 см³.

7.1.7 Секундомер

7.1.8 Аспирационное устройство

7.1.9 Фильтры АФА-ХА или АФА-ВП

7.1.10 Шкаф сушильный лабораторный с диапазоном регулирования температуры 40 - 150⁰С.

7.1.11 Автоклавный комплекс МКП-04 или МКП-05 «Анкон - АТ-2» или электропечь сопротивления камерная лабораторная с диапазоном регулирования температуры 200 - 1100⁰С

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

7.1.13 Баня песчаная

7.1.14 Стаканчики с притертymi крышками вместимостью 20 – 30 см³ по ГОСТ 25336.

7.1.15 Чаши выпарительные вместимостью 20 – 50 см³ по ГОСТ 29225 или по ГОСТ 1990

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

7.1.17 Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

7.1.18 Эксикатор по ГОСТ 25336

7.1.19 Калий хлористый по ГОСТ 423

7.1.20 Кислота азотная марки "ос.ч" по ГОСТ 4461 или ГОСТ 11125 (d =1,42 г/см³).

7.1.21 Спирт этиловый ректифицированный, технический по ГОСТ 18300.

7.1.22 Кислота серная по ГОСТ 4204 (d =1, 84 г/см³).

7.1.23 Кислота соляная по ГОСТ 14261 (d =1,185 г/см³).

7.1.24. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

7.1.25 Ртуть (II) азотнокислая, одноводная по ГОСТ4520

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



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ
РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ СЛУЖБЫ

119361 Москва, Озёрная ул., д. 46 E-mail: analyt-vm@vniimcs.ru

Тел. (495) 437 9419
Факс: (495) 437 5666

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 14-08

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

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

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

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований МВИ.

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

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

Дата выдачи 4 марта 2008 года

Заместитель директора

В. Н. Яншин



РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Наимено- вание элемента	Диапазон из- мерений мас- совой кон- центрации, мг/м ³	Показатель точности (границы от- носительной погрешно- сти), $\pm\delta$, %, при $P=0,95$	Показатель повторяемо- сти (относи- тельное среднеквад- ратическое отклонение повторяемо- сти), σ_t *, %	Показатель воспроизво- димости (от- носительное среднеквад- ратическое отклонение воспроизво- димости), σ_R *, %	Предел по- вторяемости, r^* , %, $P=0,95$, $n=2$
Кадмий	От 0,00020 до 0,0030 вкл.	25	8	11	22
Свинец	От 0,00020 до 0,0030 вкл.	25	8	11	22
Медь	От 0,0005 до 0,010 вкл.	25	9	11	25
Цинк	От 0,0020 до 0,030 вкл.	25	9	11	25
Висмут	От 0,010 до 0,20 вкл.	25	6,5	11	18
Таллий	От 0,00020 до 0,004 вкл.	25	9	11	25
Никель	От 0,00010 до 0,0020 вкл.	25	9	11	25
Кобальт	От 0,00020 до 0,004 вкл.	25	9	11	25
Железо	От 0,020 до 0,5 вкл.	25	4	11	11
Серебро	От 0,0020 до 0,05 вкл.	25	5,5	11	15
Селен	От 0,000030 до 0,0005 вкл.	25	9	11	25
Мышьяк	От 0,0020 до 0,030 вкл.	25	8	11	22
Сурьма	От 0,010 до 0,20 вкл.	25	8	11	22
Ртуть	От 0,00020 до 0,0030 вкл.	25	9	11	25
Марганец	От 0,0005 до 0,010 вкл.	25	5,5	11	15

* - для отобранных проб после минерализации

Начальник сектора

О. Л. Рутенберг