



ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО «ТОИР»

190020, Санкт-Петербург, Рижский пр., д. 23, литер А

Экземпляр № _____
 Генеральный директор
 ОАО «ТОИР»



УТВЕРЖДАЮ
 Генеральный директор
 ОАО «ТОИР»



МЕТОДИКА

ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ МЕТАЛЛОВ В ВЫБРОСАХ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В АТМОСФЕРУ И В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ПРОМЫШЛЕННЫХ ПРЕДПРИЯТИЙ

М-01В/2011

Взамен методики М-01В/2001

Аттестована ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»
 (аттестат аккредитации № 01.00250-2008 от 30.12.2008),
 адрес: 190005, Россия, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19

Свидетельство об аттестации методики измерений
 № 114/242-(01.00250-2008)-2011 от 17.03.2011 г.

г. Санкт-Петербург
 2011

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДИКИ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации элементов (металлов и неметаллов), указанных в таблице 1, в пробах промышленных выбросов в атмосферу и воздуха рабочей зоны предприятий (металлургических, радиотехнических, металлообрабатывающих и т.д. производств), при отборе проб аспирационным методом на аэрозольные фильтры АФА или фильтрующие материалы (стекловолокно, стекловату или фторопластовое волокно), последующим переводом элементов в анализируемый раствор. В анализируемом растворе измеряют массовую концентрацию ионов металлов: *алюминия, бария, бериллия, ванадия, висмута, вольфрама, железа, кадмия, кальция, кобальта, магния, марганца, меди, молибдена, никеля, олова, свинца, титана, хрома, цинка, а также кремния, мышьяка, селена, теллура* методом атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС); *калия и натрия* - методом эмиссионной пламенной фотометрии, а также *ртути* - методом ААС с использованием техники холодных паров.

Диапазон измерений массовой концентрации металлов
и неметаллов* в анализируемых объектах

Таблица 1

№	Определяемый элемент	Диапазон измерений массовой концентрации элемента (мг/м ³)	
		Промышленные выбросы в атмосферу	Воздух рабочей зоны
1	2	3	4
1	Алюминий	от 0,050 до 50	от 0,050 до 50
2	Барий	от 0,040 до 8,0	от 0,030 до 1,0
3	Бериллий	от 0,00080 до 0,16	от 0,00050 до 0,10
4	Ванадий	от 0,20 до 20	от 0,0010 до 0,10
5	Висмут	от 0,10 до 10	от 0,25 до 10
6	Вольфрам	от 0,20 до 20	от 0,0010 до 0,10
7	Железо	от 0,010 до 100	от 0,010 до 20
8	Кадмий	от 0,0030 до 6,0	от 0,010 до 4,0
9	Кальций	от 0,10 до 40	от 0,10 до 20
10	Калий	от 0,10 до 10	от 0,10 до 10
11	Кобальт	от 0,010 до 20	от 0,010 до 5,0
12	Кремний*	от 0,20 до 30	от 0,20 до 30
13	Магний	от 0,050 до 10	от 0,50 до 5,0
14	Марганец	от 0,010 до 20	от 0,010 до 5,0
15	Медь	от 0,015 до 30	от 0,030 до 5,0
16	Молибден	от 0,10 до 10	от 0,50 до 20
17	Мышьяк*	от 0,10 до 10	от 0,20 до 0,80
18	Натрий	от 0,10 до 30	от 0,50 до 20

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4
19	Никель	от 0,0020 до 10	от 0,020 до 5,0
20	Олово	от 0,20 до 30	от 0,20 до 20
21	Ртуть	от 0,00030 до 0,50	от 0,0050 до 0,50
22	Свинец	от 0,0010 до 10	от 0,0050 до 1,0
23	Селен*	от 0,050 до 10	от 0,050 до 1,0
24	Сурьма	от 0,10 до 10	от 0,20 до 5,0
25	Титан	от 0,30 до 20	от 1,0 до 20
26	Теллур*	0,0050 до 10	0,0050 до 5,0
27	Хром	от 0,00150 до 15	от 0,0150 до 10
28	Цинк	от 0,0080 до 20	от 0,080 до 10

Примечание: * - неметаллы.

2. ПОКАЗАТЕЛИ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

2.1 Границы относительной суммарной погрешности измерений при доверительной вероятности $P=0,95$: $\delta = \pm 24 \%$ *

2.2 Метрологические характеристики методики соответствуют требованиям:

1. РД 52.04.59 «Охрана природы. Атмосфера. Требования к точности контроля промышленных выбросов. Методические указания»;

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

Примечание:

* - соответствуют относительной расширенной неопределенности измерений (U^0 , %) при коэффициенте охвата $k = 2$.

3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

3.1 Метод измерений заключается в отборе проб анализируемого объекта, переводе уловленных на фильтрующий материал соединений пробы газа (воздуха) в раствор и определении элементов в растворе атомно-абсорбционным методом, и методом пламенной фотометрии (натрия и калия).

3.1.1 При отборе проб измеряют объем газовоздушной смеси, прошедший через ротаметр, температуру, разрежение (давление) у ротаметра и параметры в газоходе (для изокинетичного отбора проб промышленных выбросов) или параметры окружающего воздуха рабочей зоны.

3.2 В основе метода ААС лежит измерение степени поглощения резонансного светового излучения атомами определяемого элемента в высокотемпературной зоне пламени ацетилен-воздух или закись азота – ацетилен.

Выбор способа перевода пробы в раствор зависит от определяемых элементов.

3.2.1 Сухое озоление пробы с последующим растворением зольного остатка применяется при определении алюминия, бария, ванадия, вольфрама, железа, кальция, калия, кобальта, натрия, титана, хрома, цинка.

3.2.2 Для определения бериллия, висмута, молибдена, мышьяка, олова, свинца, селена, теллура, сурьмы применяется мокрое озоление: кислотное разложение фильтра с отобранной на него пробой.

3.2.3 Для определения кадмия, магния, марганца, меди, никеля, кремния возможно применение как сухого, так и мокрого озоления.

3.2.4 Для определения ртути применяется кислотное разложение при комнатной температуре.

3.3 Зависимости выходного сигнала определяемого элемента от его массовой концентрации в растворе устанавливаются путем градуировки с помощью серии растворов, приготовленных из государственных стандартных образцов водных растворов ионов металлов.

3.4 Результатом измерения массовой концентрации элемента в растворе является среднее арифметическое двух параллельных измерений.

3.5 Массовую концентрацию элементов в пробе анализируемого объекта рассчитывают по формуле (9) или (10) методики.

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

4.1 Средства измерений

4.1.1 Спектрофотометр атомно-абсорбционный с ртутно-гидридным генератором ГРГ –107, ТУ 4434-030-29903757 «Квант 2А» с программным обеспечением, ООО «КОРТЭК».

Набор моноэлементных ламп с полым катодом в соответствии со списком определяемых элементов.

4.1.2 Трубки напорные конструкции НИИОГАЗ, ГОСТ 17.2.4.06.

4.1.3 Трубки пылезаборные с набором наконечников, выполненные в соответствии с требованиями ГОСТ 33007.

4.1.4 Микроманометры класса точности 1,0, ТУ 14-13-015. Дифференциальный микроманометр ДМЦ-01М диапазон 0-2,0 кПа, основная приведенная погрешность измерения перепада давления для исполнения «А» не более $\pm 1\%$, для исполнения «Б» - не более $\pm 1,5\%$.

4.1.5 Барометр-анероид БАМ 01 по ТУ 25-11.1513, цена деления 0,1 кПа.