

**ЗАО «АКВИЛОН»**



*МЕТОДЫ КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА*  
воздух рабочей зоны

**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 ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ  
МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ**

**ФР.1.31.2008.01729**

Методика выполнения измерений (МВИ) массовой доли мышьяка и ртути в пищевой продукции, продовольственном сырье и продуктах детского питания 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 № 21-08 от 04 марта 2008.

Методика прошла апробацию в испытательных лабораториях ЦСМ, ЦГСЭН и предприятий перерабатывающей промышленности.

Регламентированный в МВИ метод инверсионной вольтамперометрии определения массовой доли мышьяка и ртути в пищевой продукции, продовольственном сырье и продуктах детского питания может применяться в испытательных лабораториях Госсанэпиднадзора, Центров стандартизации и метрологии, лабораториях предприятий отрасли.

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](mailto:akvilon@akvilon.su)

Право тиражирования принадлежит разработчику.

---

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения ЗАО " АКВИЛОН» преследуется по ст.146 УК РФ.

**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 ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ  
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 воздухе рабочей зоны.

Метод обеспечивает получение результатов измерений массовой концентрации кадмия, свинца, меди, цинка, висмута, таллия, никеля, кобальта, железа, серебра, селена, мышьяка, сурьмы, ртути, марганца в воздухе рабочей зоны 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 12.4.021-75	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 (Части 1-6)	Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений
ГН 2.2.5.686-98	Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны.
ГН 2.2.5.687-98	Ориентировочно безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны.
ГН 2.2.5.687-98	«ПДК вредных веществ в воздухе рабочей зоны» Дополнение 1 от 04.02.98.
Р 2.2.755-99	Гигиенические критерии оценки и классификация условий труда по показателям вредности и опасности факторов производственной среды, тяжести и напряженности трудового процесса

### **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 2.2.5. 686-687.

#### 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 поляризирующего 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) фоновый электролит (фона); 2) пробы, подготовленной к измерениям; 3) той же пробы, в которую вводят раствор-добавку измеряемого элемента, с известной массовой концентрацией при одних и тех же параметрах измерений (приложение А).

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

Наименование элемента	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/м <sup>3</sup>	Показатель точности (границы относительной погрешности), $\pm\delta$ , % при $P=0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r^*$ , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R^*$ , %	Предел повторяемости, $r^*$ , % $P=0,95$ , $n=2$
1	2	3		5	6
Кадмий	От 0,005 до 0,5 вкл.	25	8	11	22
Свинец	От 0,0010 до 0,20 вкл.	25	8	11	22
Таллий	От 0,005 до 0,10 вкл.	25	9	11	25
Цинк	От 0,020 до 10 вкл.	25	9	11	25
Медь	От 0,20 до 50 вкл.	25	6,5	11	18
Висмут	От 0,20 до 5 вкл.	25	9	11	25
Никель	От 0,00020 до 0,5 вкл.	25	9	11	25
Кобальт	От 0,005 до 0,5 вкл.	25	9	11	25
Железо	От 0,05 до 50 вкл.	25	4	11	11
Серебро	От 0,10 до 10 вкл.	25	5,5	11	15
Селен	От 0,05 до 0,5 вкл.	25	9	11	25
Мышьяк	От 0,005 до 0,5 вкл.	25	8	11	22
Сурьма	От 0,10 до 10 вкл.	25	8	11	22

Марганец	От 0,020 до 20 вкл.	25	9	11	25
Ртуть	От 0,0010 до 0,020 вкл.	25	5,5	11	15
* для отобранных проб после минерализации					

## 6 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

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 <sup>+22</sup> <sub>-33</sub>

## 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<sup>3</sup>  $5 \cdot 10^{-5}$

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

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

ГСО раствора ионов кадмия 5690 или 7472;

ГСО раствора ионов свинца 7012 или 7252;

ГСО раствора ионов таллия 6081;

ГСО раствора ионов цинка 8053 или 7227;

ГСО раствора ионов меди 7998 или 7226;

ГСО раствора ионов висмута 6065.

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

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

7.1.5 Пипетки мерные лабораторные стеклянные 2 класса точности по ГОСТ 29227 и ГОСТ 29169: вместимостью 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 см<sup>3</sup>.

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

линдры вместимостью 10 см<sup>3</sup>; 25 см<sup>3</sup>; 50 см<sup>3</sup>, 100 см<sup>3</sup>, 1000 см<sup>3</sup>; пробирки мерные вместимостью 10 см<sup>3</sup>; 15 см<sup>3</sup>; 20 см<sup>3</sup>.

7.1.7 Секундомер

7.1.8 Аспирационное устройство

7.1.9 Фильтры АФА-ХА или АФА-ВП

7.1.10 Шкаф сушильный лабораторный с диапазоном регулирования температуры 40 - 150<sup>0</sup>С.

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

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

7.1.13 Баня песчаная.

7.1.14 Стаканчики с притертыми крышками вместимостью 20 – 30 см<sup>3</sup> по ГОСТ 25336.

7.1.15 Чаши выпарительные вместимостью 20 – 50 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29225 или по ГОСТ 1990

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

7.1.17 Палочки стеклянные по ГОСТ 21400.

7.1.18 Эксикатор по ГОСТ 25336

7.1.19 Калий хлористый по ГОСТ 423

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

7.1.21 Спирт этиловый ректификованный, технический по ГОСТ 18300.

7.1.22 Кислота серная по ГОСТ 4204 (d =1, 84 г/см<sup>3</sup>).

7.1.23 Кислота соляная по ГОСТ 14261 (d =1,185 г/см<sup>3</sup>).

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@vniims.ru](mailto:analyt-vm@vniims.ru)

Тел. (495) 437 9419

Факс: (495) 437 5666

## СВИДЕТЕЛЬСТВО № 15-08

### 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 воздухе рабочей зоны 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 воздухе рабочей зоны 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 средне-квадратического отклонения повторяемости и показателя правильности.

Дата выдачи      4 марта 2008 года

Заместитель директора



В. Н. Яншин



РЕЗУЛЬТАТЫ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

Наименование элемента	Диапазон измерений массовой концентрации, мг/м <sup>3</sup>	Показатель точности (границы относительной погрешности), ±δ, %, при P=0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ <sub>r</sub> <sup>*</sup> , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ <sub>R</sub> <sup>*</sup> , %	Предел повторяемости, γ <sup>*</sup> , %, P=0,95, n=2
Кадмий	От 0,005 до 0,5 вкл.	25	8	11	22
Свинец	От 0,0010 до 0,20 вкл.	25	8	11	22
Таллий	От 0,005 до 0,10 вкл.	25	9	11	25
Цинк	От 0,020 до 10 вкл.	25	9	11	25
Медь	От 0,20 до 50 вкл.	25	6,5	11	18
Висмут	От 0,20 до 5 вкл.	25	9	11	25
Никель	От 0,00020 до 0,5 вкл.	25	9	11	25
Кобальт	От 0,005 до 0,5 вкл.	25	9	11	25
Железо	От 0,05 до 50 вкл.	25	4	11	11
Серебро	От 0,10 до 10 вкл.	25	5,5	11	15
Селен	От 0,05 до 0,5 вкл.	25	9	11	25
Мышьяк	От 0,005 до 0,5 вкл.	25	8	11	22
Сурьма	От 0,10 до 10 вкл.	25	8	11	22
Марганец	От 0,020 до 20 вкл.	25	9	11	25
Ртуть	От 0,0010 до 0,020 вкл.	25	5,5	11	15

\* - для отобранных проб после минерализации

Начальник сектора



О. Л. Рутенберг