



ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЭЛЕМЕНТОВ (Al, As, Ba, Be, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Li, Mn, Mo, Ni, Pb, Sr, Ti, V, Zn) В ПРОБАХ ОТХОДОВ ПРОИЗВОДСТВА И ПОТРЕБЛЕНИЯ

Методика М 09-02-2016

ПНД Ф 16.3.85-17

(ФР.1.31.2016.25161)

ПУ 62-2017

ВВЕДЕНИЕ

Методика предназначена для выполнения измерений массовой доли химических элементов (алюминия, бария, бериллия, ванадия, железа, кадмия, кобальта, лития, марганца, меди, молибдена, мышьяка, никеля, свинца, стронция, титана, хрома, цинка) в пробах **отходов производства и потребления** (в том числе коммунальных, химического, органического и минерального происхождения) с использованием атомно-абсорбционных спектрометров с электротермической атомизацией серии «МГА». Методика не распространяется на отходы, представляющие собой жидкие нефтепродукты, жидкое топливо, все типы масел и органические растворители.

МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на измерении резонансного поглощения света, возникающего при его прохождении через слой атомного пара в графитовой печи спектрометра. Содержание элементов определяется величиной интегрального сигнала абсорбции и рассчитывается автоматически по предварительно установленной градуировочной зависимости.

ДИАПАЗОН ИЗМЕРЕНИЙ

Диапазоны измеряемых массовых долей приведены в таблице.

Элемент	Диапазон измерений, млн ⁻¹	Элемент	Диапазон измерений, млн ⁻¹
Алюминий	от 100 до 1,0·10 ⁵	Медь	от 5,0 до 1,0·10 ⁴
Барий*	от 4,0 до 5,0·10 ⁴	Молибден	от 1,0 до 1,0·10 ⁴
Бериллий	от 0,050 до 500	Мышьяк	от 2,0 до 1,0·10 ⁴
Ванадий	от 1,0 до 1,0·10 ⁴	Никель	от 5,0 до 1,0·10 ⁴
Железо	от 20 до 2,0·10 ⁵	Свинец	от 2,0 до 1,0·10 ⁴
Кадмий	от 0,10 до 1000	Стронций	от 250 до 5,0·10 ⁴
Кобальт	от 2,0 до 1,0·10 ⁴	Титан	от 5,0 до 5,0·10 ⁴
Литий*	от 0,20 до 2000	Хром	от 1,0 до 2,0·10 ⁴
Марганец	от 100 до 1,0·10 ⁵	Цинк	от 100 до 1,0·10 ⁶

* Реализуется только на спектрометрах «МГА-915МД» и «МГА-1000».

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующее оборудование и реактивы:

- атомно-абсорбционный спектрометр «МГА-915» (любая модификация) или «МГА-1000»;
- СО состава раствора ионов определяемых элементов;
- вода бидистиллированная;
- кислота азотная, ос.ч. или имп.;
- кислота азотная, х.ч.;
- водорода перекись (30%), ос.ч.;
- палладия нитрат, имп., напр., № 107289 по кат. «Merck»;
- магния нитрат, имп., напр., № 105813 по кат. «Merck»;
- лантана хлорид, имп., напр., № 428884 по кат. «Fluka»;
- аммония дигидрофосфат, имп., напр., № 107290 по кат. «Merck»;
- дозатор пипеточный одноканальный переменного объема 5–50 или 10–100 мкл, например, фирмы «Biohit Corp.».



ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводятся следующие работы: отбор и подготовка проб, подготовка химической посуды, приготовление вспомогательных и градуировочных растворов, подготовка спектрометра к работе в соответствии с руководством по эксплуатации, подготовка графитовой печи, градуировка спектрометра.

Отбор проб отходов проводят в соответствии с ПНД Ф 12.4.2.1-99, ПНД Ф 12.1:2:2.2:2.3:3.2-03 (изд. 2014 г.) и другими нормативными документами, утвержденными и применяемыми в установленном порядке.

Разложение проб проводят методом мокрой минерализации.

ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

В графитовую печь атомизатора вводят дозатором от 10 до 40 мкл минерализата анализируемой пробы (в зависимости от ожидаемого содержания), производят измерение в соответствии с выбранным режимом работы с последующим пересчетом в массовые доли элементов в пробе отхода. Все измерения проводят в соответствии с «Руководством по эксплуатации спектрометра «МГА-915/1000»» и ПУ 62-2017. Сбор и обработку данных с последующим формированием отчета в удобном для пользователя виде осуществляют с использованием программного обеспечения, входящего в комплект поставки прибора.

Вся информация в данной листовке является справочной. По вопросу получения более подробной информации следует обращаться к разработчику методики – ГК «ЛЮМЭКС»: methodists@lumex.ru