

dr EWA GAWĘDA
Centralny Instytut Ochrony Pracy –
Państwowy Instytut Badawczy
00-701 Warszawa
ul. Czerniakowska 16

Metale i metaloidy oraz ich związki

– rozszerzona metoda oznaczania

Słowa kluczowe: metale i metaloidy, metoda oznaczania, powietrze na stanowiskach pracy, absorpcyjna spektrometria atomowa.

Key words: metals and metalloids, determination method, workplace air, atomic absorption spectrophotometry.

Metodę stosuje się do oznaczania: ołowiu, kadmu, srebra, miedzi, selenu, antymonu, niklu, arsenu, chromu, glinu, manganu, żelaza oraz ich związków a także tlenku cynku, tlenku magnezu, tlenku wapnia i pentatlenku wanadu w powietrzu na stanowiskach pracy z zastosowaniem absorpcyjnej spektrometrii atomowej, podczas przeprowadzania kontroli warunków sanitarnohigienicznych.

Opracowana metoda jest uniwersalna, z uwagi na zaproponowaną metodę przygotowania do oznaczania roztworu pobranej na stanowisku pracy próbki powietrza.

Opracowaną metodą można oznaczać zarówno pył(dym) całkowity glinu, jak i frakcję respirabilną. Metody nie należy stosować do oznaczania gazowych związków arsenu i selenu.

Najmniejsze stężenia substancji, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza (250 l) i wykonania oznaczania niniejszą metodą wynoszą: antymon: 0,04 mg/m³, arsen: 0,0008 mg/m³, chrom: 0,05 mg/m³, glin: 0,25 mg/m³ (całkowity), 0,12 mg/m³ (respirabilny), kadm: 0,0006 mg/m³, mangan: 0,030 mg/m³, miedź: 0,008 mg/m³ (dymy), 0,08 mg/m³ (pyły), nikiel: 0,02 mg/m³, pentatlenek wanadu: 0,004 mg/m³, ołów: 0,004 mg/m³, selen: 0,008 mg/m³, srebro: 0,004 mg/m³, tlenek cynku: 0,4 mg/m³, tlenek magnezu: 0,4 mg/m³ (dymy) i 1,0 mg/m³ (pyły), tlenek wapnia: 0,14 mg/m³ oraz żelazo: 0,4 mg/m³.

UWAGI WSTĘPNE

Przedstawiona metoda stanowi poszerzoną wersję metody opublikowanej w kwartalniku „Podstawy i Metody Oceny Środowiska” 2003, nr 4(38), która obejmowała 13 metali i metaloidów oraz ich związków. Obecnie włączono do niej metody oznaczania: manganu, glinu i ich związków oraz pentatlenku wanadu. Metoda oznaczania glinu umożliwiła przeprowadzenie oceny narażenia zawodowego zarówno na pył całkowity, jak i frakcję respirabilną.

Opracowaną metodą można oznaczać z jednej próbki powietrza 16 czynników che-

micznych, przynajmniej od poziomu 1/10 wartości NDS każdego z nich. Opracowana metoda jest uniwersalna, z uwagi na zaproponowaną metodę przygotowania do oznaczania roztworu próbki powietrza. W tabeli 1. podano wartości normatywów higienicznych metali i ich związków występujących w różnych procesach z udziałem metali.

Z uwagi na fakt, że opracowana metoda obejmuje powszechnie występujące w środowisku pracy metale i metaloidy może być stosowana na stanowiskach, np.: rafinacji metali ciężkich oraz lekkich, produkcji wyrobów metalowych, w odlewniach, galwanicznego nakładania powłok, spawania oraz w hutnictwie i metalurgii.

Tabela 1.

Wartości najwyższych dopuszczalnych stężeń (NDS) i najwyższych dopuszczalnych stężeń chwilowych (NDSCh) metali i metaloidów

Nazwa substancji	Wartość NDS, mg/m ³	Wartość NDSCh, mg/m ³
Metale i ich związki		
Antymon i jego związki nieorganiczne – w przeliczeniu na Sb	0,5	–
Arsen i jego związki – w przeliczeniu na As	0,01	–
Chrom metaliczny i związki chromu(III) i (II) w przeliczeniu na Cr	0,5	–
Cynku tlenek – w przeliczeniu na Zn – dymy	5	10
Glin metaliczny, tritlenek glinu, wodorotlenek glinu – w przeliczeniu na Al		
– pył, dym całkowity	2,5	–
– pył, dym respirabilny	1,25	–
Kadm i jego związki nieorganiczne – w przeliczeniu na Cd:		
– pyły i dymy	0,01	–
Magnezu tlenek:		
– dymy	5	–
– pyły	10	–
Mangan i jego związki nieorganiczne	0,3	–
Miedź i jej związki – w przeliczeniu na Cu		
– dymy tlenków i sole rozpuszczalne	0,1	0,3
– pyły tlenków i sole nierozpuszczalne	1	2
Nikiel i jego związki, z wyjątkiem tetrakarbonylku niklu (niklu karbonylku) – w przeliczeniu na Ni	0,25	–
Ołów i jego związki nieorganiczne – w przeliczeniu na Pb	0,05	–
Selen i jego związki z wyjątkiem selenanu – w przeliczeniu na Se	0,1	0,3
Srebro (dymy i pyły) oraz związki nierozpuszczalne srebra w przeliczeniu na Ag	0,05	–
Wanadu pentatlenek:		
– dymy	0,05	0,1
– pyły	0,05	0,5
Wapnia tlenek (pyły)	2	6
Żelaza tlenki	5	–

PROCEDURA ANALITYCZNA

1. Zakres stosowania metody

Metodę podaną w procedurze stosuje się do oznaczania: ołowiu, kadmu, srebra, miedzi, selenu, antymonu, niklu, arsenu, chromu, żelaza, manganu, glinu i ich związków oraz tlenku cynku, tlenku magnezu, tlenku wapnia i pentatlenku wanadu w powietrzu na stanowiskach pracy z zastosowaniem absorpcyjnej spektrometrii atomowej, podczas przeprowadzania kontroli warunków sanitarnohigienicznych. Metody nie należy stosować do oznaczania gazowych związków arsenu i selenu.

Najmniejsze stężenia substancji, jakie można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza (250 l) i wykonania oznaczania opisanych w niniejszej procedurze, wynoszą:

- antymon: 0,04 mg/m³
- arsen: 0,0008 mg/m³
- chrom: 0,05 mg/m³
- glin:
 - 0,25 mg/m³ (całkowity)
 - 0,12 mg/m³ (respirabilny)
- kadm: 0,0006 mg/m³
- mangan: 0,030 mg/m³
- miedź:
 - 0,008 mg/m³ (dymy)
 - 0,08 mg/m³ (pyły)
- nikiel: 0,02 mg/m³
- pentatlenek wanadu: 0,004 mg/m³
- ołów: 0,004 mg/m³
- selen: 0,008 mg/m³
- srebro: 0,004 mg/m³
- tlenek cynku: 0,4 mg/m³
- tlenek magnezu:
 - 0,4 mg/m³ (dymy)
 - 1,0 mg/m³ (pyły)
- tlenek wapnia: 0,14 mg/m³
- żelazo: 0,4 mg/m³.

2. Normy powołane

PN-Z-04008-07 Ochrona czystości powietrza. Pobieranie próbek. Zasady pobierania próbek powietrza w środowisku pracy i interpretacji wyników.

PN-79/Z-04126.01 Ochrona czystości powietrza. Badania zawartości chromu i jego związków. Oznaczanie chromu i jego związków na stanowiskach pracy metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

PN-87/Z-04100/03 Ochrona czystości powietrza. Badania zawartości cynku i jego związków. Oznaczanie cynku i tlenku cynkowego na stanowiskach pracy metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

PN-89/Z-04206/02 Ochrona czystości powietrza. Badania zawartości tlenku magnezowego. Oznaczanie tlenku magnezowego na stanowiskach pracy metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

PN-79/Z-04125.02 Ochrona czystości powietrza. Badanie zawartości manganu i jego związków. Oznaczanie manganu i jego związków na stanowiskach pracy metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

PN-90/Z-04157/03 Ochrona czystości powietrza. Badania zawartości tlenu wapniowego. Oznaczanie tlenu wapniowego na stanowiskach pracy metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

PN-Z-04253 : 1997 Ochrona czystości powietrza. Oznaczanie żelazowanu na stanowiskach pracy metodą płomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

PN-91/Z-04030/05 Ochrona czystości powietrza. Badania zawartości pyłu. Oznaczanie pyłu całkowitego na stanowiskach pracy metodą filtracyjno-wagową.

PN-91/Z-04030/06 Ochrona czystości powietrza. Badania zawartości pyłu. Oznaczanie pyłu respirabilnego na stanowiskach pracy metodą filtracyjno-wagową.

PN-Z-04316:2004 Ochrona czystości powietrza. Oznaczanie pentatlenku wanadu na stanowiskach pracy metodą bezpłomieniową absorpcyjnej spektrometrii atomowej.

3. Zasada metody

Znaną objętość badanego powietrza przepuszcza się przez filtr membranowy w celu osadzenia na nim metali i metaloidów oraz ich związków. Filtr po pobraniu próbki powietrza mineralizuje się w kwasie azotowym i sporządza roztwór do analizy w rozcieńczonym kwasie azotowym. Poszczególne substancje chemiczne oznacza się w tym roztworze metodą absorpcyjnej spektrometrii atomowej:

- z kuletą grafitową i korekcją tła Zeemana (ołów, kadm, nikiel, miedź, arsen, antymon, srebro, glin, selen i wanad)
- z płomieniem powietrze-acetylen (żelazo, chrom, mangan, tlenek cynku – jako cynk, tlenek wapnia – jako wapń, tlenek magnezu – jako magnez).

4. Wytyczne ogólne

4.1. Czystość odczynników

Podczas analizy, o ile nie zaznaczono inaczej, należy stosować odczynniki o stopniu czystości co najmniej cz.d.a. oraz wodę podwójnie destylowaną, zwaną w dalszej treści wodą.

4.2. Naczynia laboratoryjne

W analizie należy używać wyłącznie naczyń laboratoryjnych ze szkła borowkrzemowego lub polietylenu, a do mineralizacji filtrów – zlewki teflonowych. Naczynia należy myć kolejno roztworem detergentu, ciepłą wodą, roztworem kwasu azotowego o $c(\text{HNO}_3) = 1 \text{ mol/l}$, wodą destylowaną, a następnie kilkakrotnie płukać dwukrotnie destylowaną.

4.3. Przechowywanie roztworów

Roztwory wzorcowe należy przechowywać w naczyniach z polietylenu.

5. Odczynniki, roztwory i materiały

5.1. Argon sprężony

Stosować argon sprężony o stopniu czystości wg instrukcji do aparatu.

5.2. Acetylen rozpuszczony

Klasy czystości A wg wymagań zawartych w normie PN-C-84905: 1998

5.3. Kwas azotowy

Stosować kwas azotowy stężony, 65-procentowy (m/m) $\rho = 1,42$ g/ml.

5.4. Kwas azotowy, roztwór I

Stosować kwas azotowy, roztwór o stężeniu $c(\text{HNO}_3) = 1$ mol/l.

5.5. Kwas azotowy, roztwór II

Stosować kwas azotowy, roztwór o stężeniu $c(\text{HNO}_3) = 0,1$ mol/l.

5.6. Roztwory wzorcowe podstawowe pierwiastków

Stosować dostępne w handlu roztwory wzorcowe poszczególnych pierwiastków do absorpcji atomowej o stężeniu 1 mg/ml.

5.7. Roztwory wzorcowe robocze poszczególnych pierwiastków

Stosować roztwory poszczególnych pierwiastków o następujących stężeniach w mikrogramach na mililitr:

- antymon: 0,016; 0,032; 0,080; 0,160
- arsen: 0,008; 0,016; 0,032; 0,064
- chrom: 0,26; 0,52; 1,04; 2,60
- cynk: 0,1; 0,2; 0,5; 1,0
- glin: 0,008; 0,016; 0,032; 0,080
- kadm: 0,00024; 0,0006; 0,0012; 0,0024
- magnez: 0,25; 0,50; 1,0; 2,0
- mangan: 0,15; 0,30; 0,60; 1,50
- miedź: 0,008; 0,016; 0,032; 0,064
- nikiel: 0,008; 0,016; 0,040; 0,080
- ołów: 0,008; 0,016; 0,032 i 0,064
- selen: 0,016; 0,032; 0,080; 0,120
- srebro: 0,0016; 0,0032; 0,0064; 0,012
- wanad: 0,020; 0,050; 0,100; 0,200
- wapń: 0,5; 1,0; 2,0; 5,0
- żelazo: 0,5; 1,0; 2,0; 5,0.

5.8. Filtry membranowe

Stosować filtry membranowe (nitrocelulozowe) o średnicy porów 0,85 μm .

6. Przyrządy pomiarowe i sprzęt pomocniczy

6.1. Pompa ssąca

Stosować pompę ssącą umożliwiającą pobieranie powietrza ze stałym strumieniem objętości określonym wg punktu 7.

6.2. Spektrofotometr I

Stosować spektrofotometr do absorpcji atomowej z kuwetą grafitową i korekcją tła Zeemana, wyposażony w lampy z katodą wnątkową do oznaczania: kadmu, niklu, miedzi, ołowiu, srebra, antymonu, glinu i wanadu oraz o podwyższonej intensywności – arsenu i selenu.

W celu zapewnienia wymaganej czułości i precyzji oznaczania, należy przyjąć następujące warunki pracy aparatu:

- arsen:
 - długość fali 193,7 nm
 - objętość wstrzykiwanej próbki 10 μl
 - temperatura atomizacji 2600 °C, czas atomizacji 2 s

- ołów:
 - długość fali 283,3 nm
 - objętość wstrzykiwanej próbki 10 μ l
 - temperatura atomizacji 2100 °C, czas atomizacji 2 s
- nikiel:
 - długość fali 232 nm
 - objętość wstrzykiwanej próbki 10 μ l
 - temperatura atomizacji 2400 °C, czas atomizacji 2 s
- selen:
 - długość fali 196 nm
 - objętość wstrzykiwanej próbki 10 μ l
 - temperatura atomizacji 2600 °C, czas atomizacji 2 s
- miedź:
 - długość fali 327,4 nm
 - objętość wstrzykiwanej próbki 10 μ l
 - temperatura atomizacji 2300 °C, czas atomizacji 2 s
- antymon:
 - długość fali 217,6 nm
 - objętość wstrzykiwanej próbki 10 μ l
 - temperatura atomizacji 2000 °C, czas atomizacji 2 s
- kadm:
 - długość fali 228,8 nm
 - objętość wstrzykiwanej próbki 10 μ l
 - temperatura atomizacji 1800 °C, czas atomizacji 2 s
- srebro:
 - długość fali 328,1 nm
 - objętość wstrzykiwanej próbki 10 μ l
 - temperatura atomizacji 2000 °C, czas atomizacji 2 s
- glin:
 - długość fali 396,2 nm
 - objętość wstrzykiwanej próbki 10 μ l
 - temperatura atomizacji 2500 °C, czas atomizacji 2 s
- wanad:
 - według normy PN-Z-04316:2004.

Pozostałe parametry pracy – natężenie prądu lampy, szerokość szczeliny, przepływy argonu, szczegółowy program temperaturowy pracy kuwety (z uwzględnieniem powyższych wymagań), należy dobrać w zależności od indywidualnych możliwości aparatu i zaleceń producenta.

6.3. Spektrofotometr II

Należy stosować spektrofotometr do absorpcji atomowej przystosowany do pracy z płomieniem powietrze-acetylen, wyposażony w lampy z katodą wnękową do oznaczania: chromu, cynku, magnezu, wapnia, żelaza i manganu.

W celu zapewnienia wymaganej czułości i precyzji oznaczania poszczególnych pierwiastków, należy przyjąć następujące warunki pracy aparatu:

- chrom wg wymagań zawartych w normie PN-79/Z-04126.01
- cynk wg wymagań zawartych w normie PN-87/Z-04100/03
- magnez wg wymagań zawartych w normie PN-89/Z-04206/02

- mangan wg wymagań zawartych w normie PN79/Z-04125.02
- wapń wg wymagań zawartych w normie PN-90/Z-04157/03
- żelazo wg wymagań zawartych w normie PN-Z-04253:1997.

7. Pobieranie próbek powietrza

Przy pobieraniu próbek powietrza w celu oznaczania metali (również pyłu (dymu) całkowitego oraz respirabilnego glinu) i ich związków, należy stosować wymagania zawarte w normie PN-Z-04008-07:2002.

W miejscu pobierania próbki przez filtr wg punktu 5.8. umieszczony w oprawce (jak przy pobieraniu próbek pyłu całkowitego wg wymagań zawartych w normie PN-91/Z-04030/05) przepuścić od 250 do 720 l powietrza ze strumieniem objętości nie większym niż 2 l/min.

Pobieranie próbek powietrza do oznaczania frakcji respirabilnej pyłu (dymu) glinu: w miejscu pobierania próbki przez filtr wg punktu 5.8. umieszczony w mikrocyklonie (jak przy pobieraniu frakcji respirabilnej pyłu wg wymagań zawartych w normie PN-91/Z-04030/06) przepuścić do 250 l powietrza ze strumieniem objętości nie większym niż 2 l/min.

8. Wzorcowanie spektrofotometrów

Bezpośrednio przed przeprowadzeniem oznaczania danego pierwiastka w roztworze badanej próbki dokonać wzorcowania spektrofotometru, używając czterech roztworów wzorcowych o stężeniach tego pierwiastka wg punktu 5.7., które należy wstrzyknąć dwukrotnie do kuwety grafitowej, przyjmując warunki ustalone wg punktu 6.2. – ołów, nikiel, arsen, antymon, srebro, kadm, selen, miedź, glin i wanad oraz wg punktu 6.3. – cynk, żelazo, magnez, wapń, chrom i mangan.

Do zerowania spektrofotometru używać roztworu kwasu azotowego wg punktu 5.5.

W przypadku gdy spektrofotometr wg punktu 6.2. umożliwia wykonanie wzorcowania z jednego roztworu wzorcowego, należy użyć roztworu wzorcowego o stężeniu:

- antymon 0,080 µg/ml
- arsen 0,040 µg/ml
- glin 0,040 µg/ml
- kadm 0,0012 µg/ml
- miedź 0,040 µg/ml
- nikiel 0,040 µg/ml
- ołów 0,040 µg/ml
- selen 0,080 µg/ml
- srebro 0,008 µg/ml
- wanad 0,100 µg/ml.

9. Wykonanie oznaczania

Filtr, na który pobrano próbkę powietrza (pył całkowity), należy umieścić w zlewce teflonowej o pojemności 100 ml, dodać 3 ml kwasu azotowego wg punktu 5.3. i ogrzewać na płycie grzejnej w temperaturze około 140 °C, aż filtr się rozpuści i dalej ogrzewać aż do odparowania kwasu prawie do sucha. Ponownie dodać do zlewki 2 ml kwasu azotowego i ogrzewać aż do odparowania kwasu. Następnie dodać do zlewki 4 ml kwasu azotowego wg punktu 5.4. i pozostawić na około 30 ml. Zawartość zlewki przenieść ilościowo 2 ÷ 3 porcjami kwasu azo-

towego wg punktu 5.5. do kolby o pojemności 25 ml i uzupełnić do kreski rozcieńczonym kwasem azotowym wg punktu 5.5., uzyskując roztwór zmineralizowanej próbki.

Filtr, na który pobrano próbkę do oznaczania frakcji respirabilnej glinu, należy podać początkowo identycznej procedurze. Natomiast roztwór po mineralizacji tego filtra przenieść 2 ÷ 3 porcjami kwasu azotowego wg punktu 5.5. do kolby o pojemności 25 ml i uzupełnić do kreski rozcieńczonym kwasem azotowym wg punktu 5.5., uzyskując roztwór nr 2.

W celu oznaczania poszczególnych pierwiastków, należy przygotować następujące roztwory badanych próbek:

- antymon, kadm, nikiel, srebro i tlenek magnez – pyły tlenku – pobiera się 1 ml roztworu próbki po mineralizacji i uzupełnia do 25 ml roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.5. (krotność rozcieńczenia $k = 25$)
- miedź – dymy i magnez – dymy tlenku – pobiera się 2,5 ml roztworu próbki po mineralizacji i uzupełnia do 25 ml roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.5. ($k = 10$)
- ołów i selen – pobiera się 5 ml roztworu próbki po mineralizacji i uzupełnia do 25 ml roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.5. ($k = 5$)
- glin – pył(dym) całkowity – pobiera się 0,8 ml roztworu próbki po mineralizacji i uzupełnia do 250 ml wodą ($k = 312,5$)
- glin – pył (dym) respirabilny – pobiera się 1,6 ml roztworu nr 2 i uzupełnia do 250 ml wodą ($k = 156$)
- cynk – pobiera się 3 ml roztworu próbki po mineralizacji i uzupełnia do 100 ml roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.5. ($k = 33,3$)
- żelazo – pobiera się 1,25 ml roztworu próbki po mineralizacji i uzupełnia do 10 ml roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.5. ($k = 8$)
- miedź – pyły – pobiera się 1 ml roztworu próbki po mineralizacji i uzupełnia do 100 ml roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.5. ($k = 100$)
- wapń, chrom i mangan – pobiera się 5 ml roztworu próbki po mineralizacji i uzupełnia do 10 ml ($k = 2$)
- arsen – arsen oznacza się w roztworze zmineralizowanej próbki ($k = 1$)
- wanad – pobiera się 2 ml roztworu próbki po mineralizacji i uzupełnia do 25 ml roztworem kwasu azotowego wg punktu 5.5. ($k = 12,5$).

U w a g a

Jeżeli zachodzi potrzeba oznaczania danej substancji w innym zakresie stężeń, można dla tej substancji zastosować inną krotność rozcieńczenia.

Jednocześnie z mineralizacją filtra, na który pobrano próbkę powietrza, przeprowadzić w identyczny sposób mineralizację czystego, nieużywanego filtra, w celu sporządzenia roztworu odniesienia po mineralizacji. Następnie przygotować jak podano wcześniej roztwory odniesienia dla każdego oznaczanego pierwiastka.

W celu oznaczania: ołowiu, kadmu, arsenu, miedzi, antymonu, niklu, selenu, srebra, glinu i wanadu należy wykonać dla każdego z nich wzorcowanie spektrofotometru I wg punktu 8. Następnie wstrzyknąć dwukrotnie określony roztwór badanej próbki i odpowiedniej próbki odniesienia. Stężenie oznaczanego pierwiastka w badanej próbce i próbce odniesienia jest podawane automatycznie.

W celu oznaczania: cynku, chromu, magnezu, żelaza, wapnia i manganu wykonać dla każdego z nich wzorcowanie spektrofotometru II wg punktu 8. Następnie podać do palnika spektrofotometru roztwór badanej próbki i odpowiedniej próbki odniesienia. Stężenie oznaczanego pierwiastka w badanej próbce i próbce odniesienia jest podawane automatycznie.

Zaproponowany sposób mineralizacji (z HNO_3) może nie być dostatecznie skuteczny w przypadku obecności w badanym powietrzu niektórych związków ołowiu, antymonu, srebra i selenu (nie uzyskuje się wówczas przezroczystego, klarownego roztworu zmineralizowanych próbek). Należy wtedy zastosować inny, bardziej efektywny sposób mineralizacji, np. z dodatkiem kwasu solnego. Po powtórzeniu operacji z HNO_3 , do próbki dodaje się 1 ml stężonego HCl , ogrzewa roztwór przez kilka minut w temperaturze $140\text{ }^\circ\text{C}$ i po ostudzeniu zawartość zlewki przenosi się do kolb pomiarowych o pojemności 25 ml. Dalej należy postępować w identyczny sposób jak w przypadku mineralizacji z samym kwasem azotowym.

10. Obliczanie wyniku oznaczania

Stężenie czynnika (X) w badanym powietrzu obliczyć w miligramach na metr sześcienny, na podstawie wzoru:

$$X = \frac{(c - c_0) \cdot V_1 \cdot k}{V} \cdot w,$$

w którym:

- c – stężenie oznaczanego pierwiastka w roztworze badanej próbki, w mikrogramach na mililitr
- c_0 – stężenie oznaczanego pierwiastka w roztworze próbki odniesienia, w mikrogramach na mililitr
- V_1 – objętość roztworu badanej próbki, w mililitrach ($V_1 = 25\text{ ml}$)
- V – objętość powietrza przepuszczonego przez filtr, w litrach
- k – krotność rozcieńczenia
- w – współczynnik przeliczeniowy cynku, wapnia, oraz magnezu na tlenek odpowiednio: 1,244; 1,398 i 1,658 wanadu na pentatlenek: 1,78.

INFORMACJE DODATKOWE

Dane walidacyjne dla większości substancji są zamieszczone w kwartalniku „Podstawy i Metody Oceny Środowiska Pracy” 2003, 4(36), 111.

Dane walidacyjne dla glinu:

- granica oznaczania ilościowego: 6 ng/ml
- współczynnik korelacji: 1,000
- precyzja całkowita metody: 7,32%
- niepewność całkowita metody:
 - 15,67% – mineralizacja z HNO_3
 - 15,45% – mineralizacja z HNO_3 i HCl .

Metals and metalloids and their compounds – complemented determination method

A b s t r a c t

The method is based on stopping of selected metals and metalloids and their compounds on membrane filter, mineralization the sample with concentrated nitric acid or with nitric acid and hydrochloric acid, and preparation solution to analysis in diluted nitric acid.

Antimony, arsenic, cadmium, copper, lead, nickel, selenium, silver, vanadium In the solution are determined by atomic absorption spectrometry with graphite tube. Aluminium, calcium chromium, iron, manganese, magnesium and zinc are determined by flame atomic spectrophotometry.

The detection limits of determined substances for presented method are: aluminium – 0.25 mg/m³ (total dust) and 0.12 mg/m³ (respirable dust), arsenic – 0.0008 mg/m³, chromium – 0.05 mg/m³, cadmium – 0.0006 mg/m³, manganese – 0.030 mg/m³, copper – 0.008 mg/m³ (fumes) and 0.08 mg/m³ (dusts), nickel – 0.02 mg/m³, vanadium pentoxide – 0.004 mg/m³, lead – 0.004 mg/m³, selenium – 0.008 mg/m³, silver – 0.004 mg/m³, zinc oxide – 0.4 mg/m³, magnesium oxide – 0.4 mg/m³ (fumes) and 1.0 mg/m³ (dusts), calcium oxide – 0.14 mg/m³, iron – 0.4 mg/m³.