

СОГЛАСОВАНО



Заместитель директора
ФГБУ «ВНИИОФИ»


E.A. Гаврилова
«27 03 2024 г.

СОГЛАСОВАНО

Первый заместитель генерального
директора-заместитель по научной
работе ФГУП «ВНИИФТРИ»



A.N. Щипунов


«27 03 2024 г.

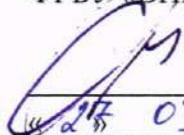
«ГСИ. Анализаторы тяжелых металлов и взвешенных частиц

в атмосферном воздухе АММС-100.

Методика поверки»

МП 007.Д4-24

Главный метролог
ФГБУ «ВНИИОФИ»


С.Н. Негода
«27 03 2024 г.

Москва
2024 г.

1 Общие положения

Настоящая методика поверки распространяется на Анализаторы тяжелых металлов и взвешенных частиц в атмосферном воздухе AMMS-100 (далее – анализаторы), предназначенные для измерений массовой концентрации металлов и взвешенных частиц (пыли) в атмосферном воздухе, и устанавливает порядок, методы и средства проведения первичной и периодических поверок.

По итогам проведения поверки должна обеспечиваться прослеживаемость к:

- государственному первичному эталону единиц массовой (молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидким и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов (ГЭТ 196-2023) согласно государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1569 от 07.08.2023 или государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидким и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии (ГЭТ 176-2019) согласно государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021;
- государственному первичному эталону единиц дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов (ГЭТ 163-2020) согласно государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 3105 от 30.12.2021 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений дисперсных параметров аэрозолей, взвесей и порошкообразных материалов».

Проверка анализаторов выполняется методом прямых измерений.

Метрологические характеристики анализаторов указаны в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение
Диапазон измерений массовой концентрации металлов, мкг/м ³	от 0,01 до 100,00
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации металлов, %: - в поддиапазоне от 0,01 до 1,00 мкг/м ³ включ. - в поддиапазоне св. 1,00 до 100,00 мкг/м ³	±20 ±15
Предел допускаемого относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации металлов, %	15
Диапазон измерений массовой концентрации пыли, мг/м ³	от 0,01 до 10,00
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации пыли, %	±20
Номинальный объемный расход отбираемой пробы, дм ³ /мин	16,7
Пределы допускаемой относительной погрешности установки объемного расхода отбираемой пробы, %	±5

2 Перечень операций поверки средства измерений

2.1 При проведении первичной и периодической поверок должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции поверки	Обязательность выполнения операций поверки при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр средства измерений	Да	Да	7
Подготовка к поверке и опробование средства измерений	Да	Да	8
Проверка программного обеспечения средства измерений	Да	Да	9
Определение метрологических характеристик средства измерений	Да	Да	10
Проверка диапазона измерений массовой концентрации металлов, определение относительной погрешности измерений массовой концентрации металлов, относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации металлов	Да	Да	10.1
Определение относительной погрешности номинального объемного расхода отбираемой воздушной пробы относительно номинального значения	Да	Нет	10.2
Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений массовой концентрации пыли	Да	Да	10.3
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	Да	Да	11

2.2 При получении отрицательных результатов при проведении хотя бы одной операции поверка прекращается.

2.3 Допускается проведение периодической поверки в сокращенном объеме для меньшего числа измеряемых величин на основании письменного заявления владельца средств измерений или лица, представившего их на поверку, оформленного в произвольной форме.

3 Требования к условиям проведения поверки

3.1 При проведении поверки следует соблюдать следующие условия:

- температура воздуха, °С от 15 до 25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80;
- атмосферное давление, кПа от 84,0 до 106,7.

4 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

4.1 К проведению поверки допускаются лица:

- прошедшие обучение на право проведения поверки по требуемому виду измерений и знающие основы метрологического обеспечения средств измерений;

- изучившие настоящую методику поверки и эксплуатационную документацию на анализатор.

4.2 Поверку средства измерений осуществляют аккредитованные в области обеспечения единства измерений юридические лица и индивидуальные предприниматели.

5 Метрологические и технические требования к средствам поверки

5.1 При проведении первичной и периодической поверок применяются средства поверки, указанные в таблице 3.

Таблица 3 – Метрологические и технические требования к средствам поверки

Операция поверки, требующая применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
п.8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	<p>Средства измерений температуры окружающей среды в диапазоне от 15 °C до 25 °C с абсолютной погрешностью не более 0,2 °C;</p> <p>Средства измерений относительной влажности воздуха в диапазоне от 5 % до 97 % с абсолютной погрешностью не более 3,0 %;</p> <p>Средства измерений атмосферного давления в диапазоне от 84 до 110 кПа с абсолютной погрешностью не более 0,13 кПа</p>	Измеритель параметров микроклимата «МЕТЕОСКОП-М», рег. № 32014-11
п. 10.1 Проверка диапазона измерений массовой концентрации металлов, определение относительной погрешности измерений массовой концентрации металлов, относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации металлов	<p>Стандартные образцы, представляющие собой рабочий эталон по государственной поверочной схеме, утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 148 от 19.02.2021 «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах» или утвержденной Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 1569 от 07 августа 2023 г. «Об утверждении государственной поверочной схемы для средств измерений массовой</p>	<p>ГСО 7268-96 Стандартный образец состава раствора ионов кобальта; ГСО 7256-96 Стандартный образец состава ионов цинка¹⁾</p>

Операция поверки, требующая применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
	(молярной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов, а также флуоресценции в жидких и твердых веществах и материалах на основе спектральных методов». Диапазон аттестованного значения массовой концентрации ионов металла от 0,95 до 1,05 мг/см ³ , доверительные границы относительной погрешности аттестованного значения не более ±1 %	
п. 10.1 Проверка диапазона измерений массовой концентрации металлов, определение относительной погрешности измерений массовой концентрации металлов, определение относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации металлов	<p>Вспомогательное оборудование:</p> <p>Дозатор механический одноканальный, диапазон объемов дозирования от 100 до 1000 мкл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального ± (2,0 … 0,6) %, при температуре (22 ± 2) °C</p> <p>Дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144-2018</p> <p>Полипропиленовые или акриловые емкости высотой не более 4 мм</p> <p>Фильтры бумажные обеззоленные «Зеленая лента» по ТУ 6-09-1678-95</p>	Дозатор механический одноканальный ВИОНІТ, рег. № 36152-12
п.10.2 Определение относительной погрешности номинального объемного расхода отбираемой воздушной пробы относительно номинального значения	Средство измерений объемного расхода воздуха от 10 до 25 дм ³ /мин с относительной погрешностью в пределах ±1,0 %	Расходомер-счетчик газа РГС-2, рег.№ 20831-06 (далее – расходомер)
п.10.3 Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений массовой концентрации пыли	<p>Эталон единицы массовой концентрации взвешенных частиц в аэродисперсных средах, соответствующий требованиям не ниже уровня рабочего эталона по государственной поверочной схеме, утвержденной приказом Росстандарта от 30.12.2021 № 3105</p> <p>Мука известняковая (доломитовая) марки А класс 4 по ГОСТ 14050-93</p>	Государственный рабочий эталон единиц размера частиц в диапазоне значений от 0,01 до 1000 мкм, счетной концентрации частиц в диапазоне значений от 10 до 10 ¹² дм ⁻³ , массовой концентрации частиц в

Операция поверки, требующая применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
		диапазоне от 0,01 до 10000 мг/м ³ , рег. № 3.1ZZT.0224.2016

¹⁾ Допускается использование стандартных образцов состава утвержденного типа растворов ионов других металлов

5.2 Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, стандартные образцы состава, утвержденного типа с действующими паспортами, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

6 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

6.1 При проведении поверки следует соблюдать требования, установленные ГОСТ 12.1.040-83, правилами по охране труда при эксплуатации электроустановок, указанными в приложении к приказу Министерства труда и социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н. Воздух рабочей зоны должен соответствовать ГОСТ 12.1.005-88 при температуре помещения, соответствующей условиям испытаний для легких физических работ.

6.2 Помещение, в котором проводится поверка, должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

6.3 При проведении поверки должны быть соблюдены требования безопасности, приведенные в Руководстве по эксплуатации на анализаторы.

7 Внешний осмотр средства измерений

7.1 Проверку внешнего вида анализатора проводят путем визуального осмотра. Проводят сравнение фотографических изображений, приведенных в описании типа на данный анализатор, и образца, представленного на поверку.

7.2 Провести визуальный осмотр анализатора на отсутствие видимых повреждений, влияющих на его работоспособность. Убедиться в наличии маркировки с ясным указанием типа и серийного номера анализатора.

7.3 Проверить комплектность анализатора (без запасных частей и расходных материалов) на соответствие требованиям описания типа на данный анализатор.

7.4 Анализатор считают прошедшим операцию поверки, если:

- внешний вид анализатора соответствует фотографическим изображениям из описания типа на данный анализатор;
- корпус, внешние элементы, элементы управления и индикации не повреждены;
- комплектность соответствует разделу «Комплектность» описания типа на данный анализатор;
- маркировка анализатора содержит сведения о типе и серийном номере прибора.

8 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

8.1 Подготовить поверяемый анализатор к работе согласно его РЭ.

8.2 Опробование анализатора включает в себя следующие операции:

- проверка выхода на рабочий режим.

8.2.1 Проверка выхода на рабочий режим анализаторов проводится путём включения анализатора в соответствии с указаниями, приведёнными в руководстве по эксплуатации. После включения анализатора, прогреть его в течение 5 минут и запустить программное обеспечение анализатора на персональном компьютере (далее – ПО), появится окно с запросом на автоматический запуск системы. Во время запуска ПО автоматически осуществляется самодиагностика анализатора и открывается основное окно, показанное на рисунке 1. После самодиагностики анализатор готов к работе.

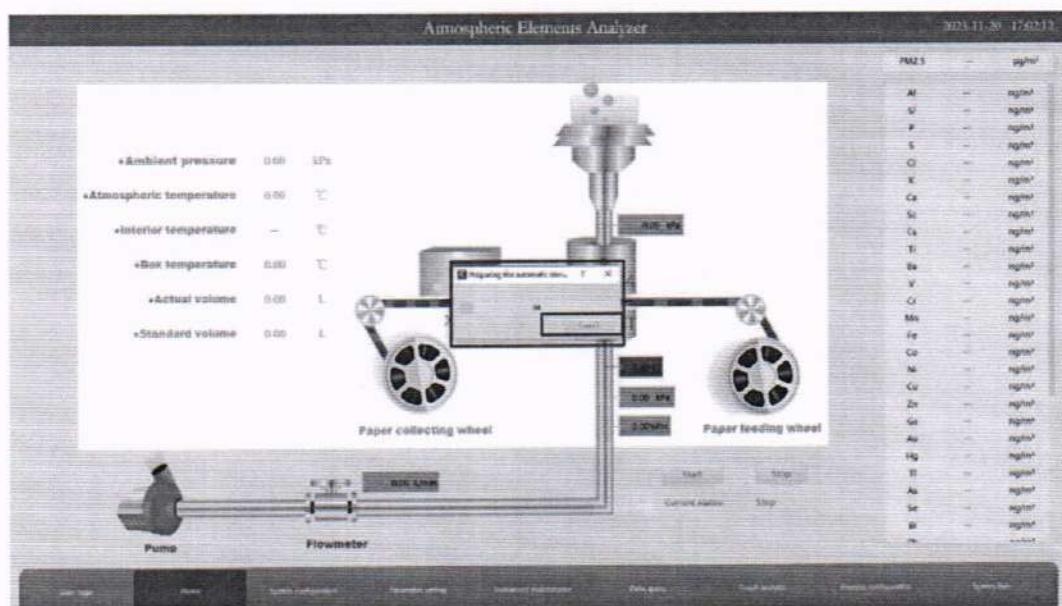


Рисунок 1 – Основное окно ПО

8.3 Анализатор считают прошёдшим операцию поверки, если:

- анализатор вышел на рабочий режим в полном соответствии с руководством по эксплуатации, прошел без сообщений об ошибках самодиагностику, запущенную при включении.

9 Проверка программного обеспечения средства измерений

9.1 Анализатор имеет ПО, установленное на персональном компьютере. Для проверки версии ПО в нижней строке главного меню ПО нажать вкладку «System configuration» → «System version», наименование ПО отображается в верхней строке ПО анализатора (рисунок 2).

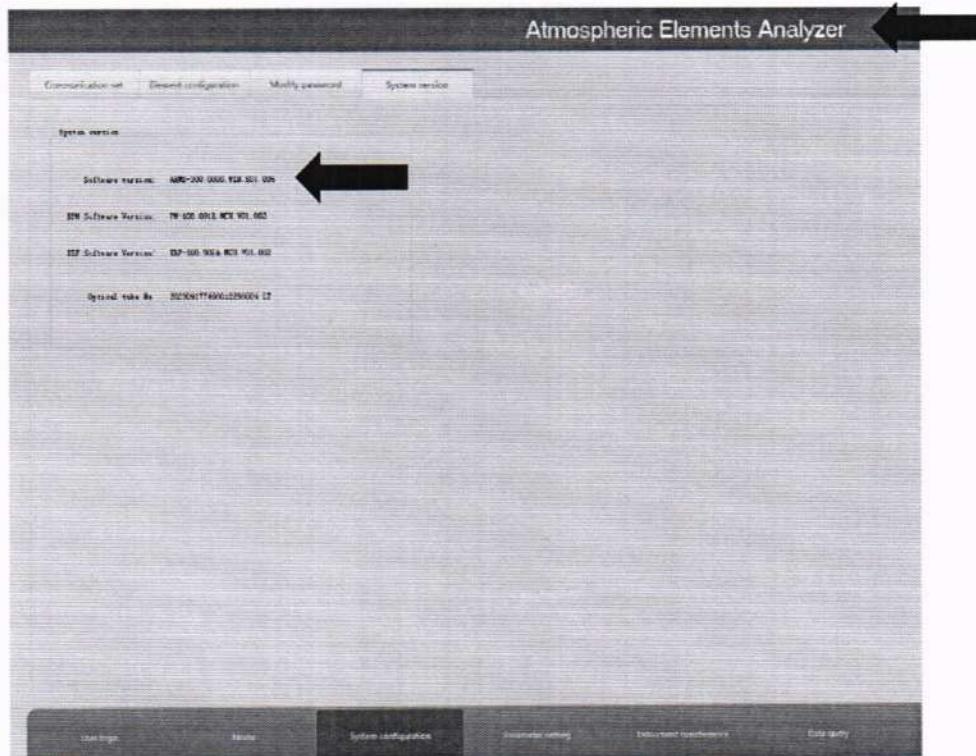


Рисунок 2 – Проверка наименования и версии ПО анализатора

9.2 Анализатор считают прошедшим операцию поверки, если наименование и версия ПО соответствует значениям, приведенным в таблице 4 настоящей методики поверки.

Таблица 4 – Идентификационные данные программного обеспечения

Идентификационные данные (признаки)	Значение
Идентификационное наименование ПО	Atmospheric Elements Analyzer
Номер версии (идентификационный номер) ПО, не ниже	AEMS-300.0000.WIN.S01.005
Цифровой идентификатор ПО	-

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Проверка диапазона измерений массовой концентрации металлов, определение относительной погрешности измерений массовой концентрации металлов, относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации металлов

10.1.1 Перед проведением измерений необходимо проверить соответствие условий окружающей среды условиям, указанным в п. 3, с помощью средств измерений температуры окружающей среды, влажности, атмосферного давления, указанных в таблице 2.

10.1.2 Проверку диапазона измерений массовой концентрации металлов совмещают с определением относительной погрешности измерений массовой концентрации металлов, относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации металлов.

10.1.3 Определение относительной погрешности измерений массовой концентрации металлов, относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации металлов.

10.1.3.1 Приготовить образцы ионов металлов в соответствии с методикой приготовления согласно приложению А настоящей методики поверки.

10.1.3.2 Открыть переднюю дверцу анализатора. Снять измерительную ленту и освободить измерительное сопло анализатора. Разместить первый подготовленный в соответствии с приложением А образец на платформе в измерительное сопло анализатора, с помощью черных винтов, расположенных внизу платформы, поднять платформу для затяжки (рисунок 3). Закрыть дверцу.

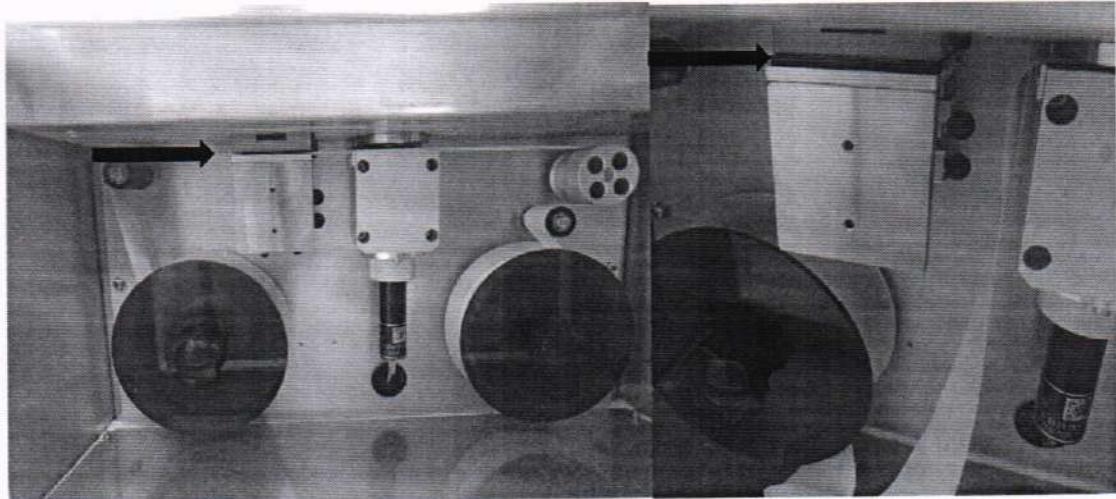


Рисунок 3 – Визуализация п. 10.1.3.2

10.1.3.3 В ПО анализатора перейти во вкладку «Graph analysis»→«Manual Test», проверить установку времени извлечения в разделе «Excitation time» равную 200 секундам. В разделе «Optical filter» из раскрывающегося списка выбрать измеряемый металл. Для начала измерений нажать кнопку «Excitation» (рисунок 4).

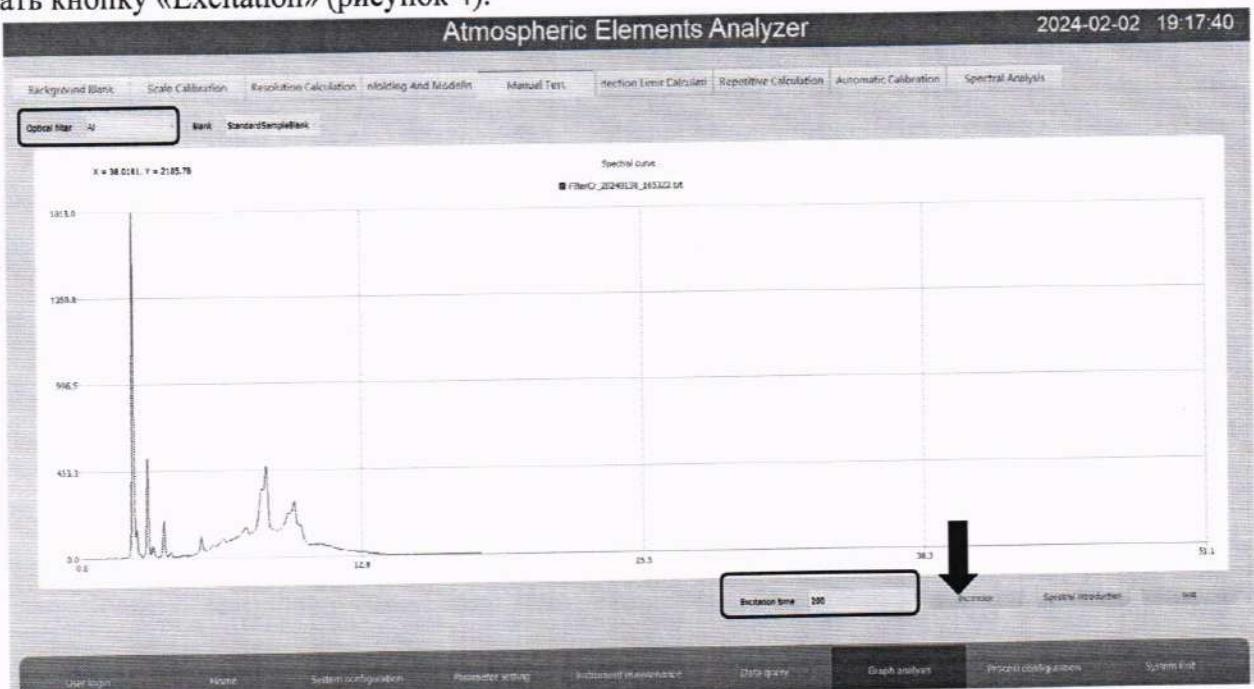


Рисунок 4 – Визуализация п. 10.1.3.3

10.1.3.4 По завершению измерений нажать кнопку «test». Результат измерений массовой концентрации измеряемого металла в $\text{мкг}/\text{см}^2$ появится в открывшемся окне ПО (рисунок 5). Записать полученный результат измерений.

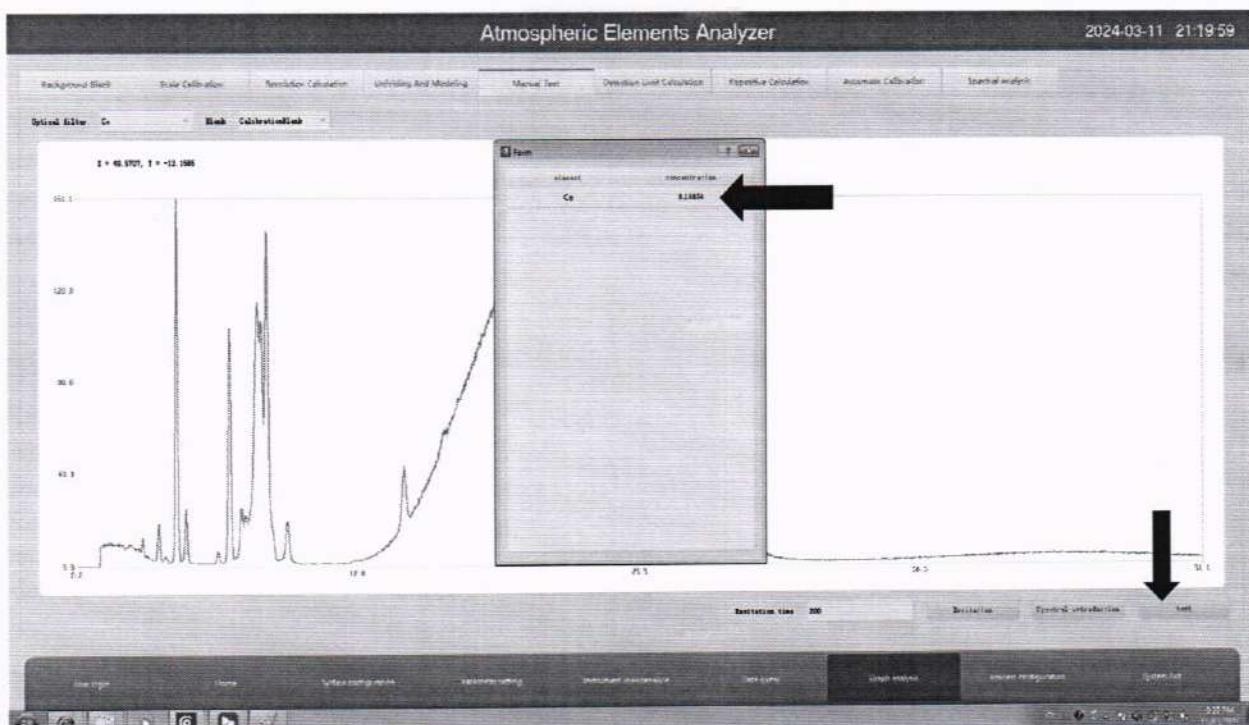


Рисунок 5 – Визуализация п. 10.1.3.4

10.1.3.5 Закрыть окно ПО с результатом измерений. Провести еще 4 измерения массовой концентрации измеряемого элемента для образца 1 по 10.1.3.4 настоящей методики поверки.

10.1.3.6 Открыть переднюю дверцу анализатора, с помощью черных винтов опустить платформу, извлечь измеренный образец из анализатора.

10.1.3.7 Повторить п.п. 10.1.3.2 – 10.1.3.6 для всех приготовленных образцов согласно методике приготовления, указанной в приложении А к настоящей методике поверки.

10.1.4 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.1.

10.2 Определение относительной погрешности объемного расхода отбираемой воздушной пробы относительно номинального значения

10.2.1 Подготовить анализатор к работе согласно его руководству по эксплуатации. На выходе анализатора установить расходомер РГС-2.

10.2.2 Выполнить операцию следующим образом:

после выхода анализатора в режим отбора проб снять 5 показаний расходомера в течение 15 минут через равные промежутки времени. В качестве тестового аэрозоля использовать воздух окружающей среды. Показания ($q_{эт}$) занести в протокол поверки.

10.2.3 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.2.

10.3 Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений массовой концентрации пыли

10.3.1 Собрать схему согласно рисунку 6, поместив пробоотборник анализатора в аэрозольную камеру.

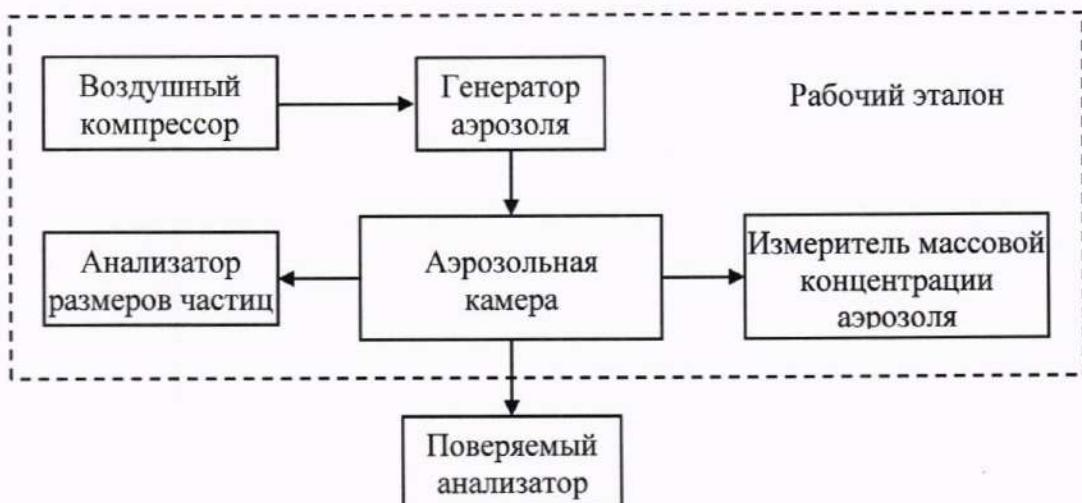


Рисунок 6 – Схема поверки

10.3.2 Подготовить анализатор к работе согласно его руководству по эксплуатации.

10.3.3 Создать в аэрозольной камере тестовый аэрозоль на основе доломитовой муки, задавая последовательно концентрации $(0,02 \pm 0,01)$, $(5,0 \pm 1,0)$ и $(9,0 \pm 1,0)$ $\text{мг}/\text{м}^3$. Концентрацию контролировать рабочим эталоном. На каждом заданном уровне после стабилизации тестового аэрозоля снять по пять показаний анализатора. Показания снимать в течение 30 мин через равные промежутки времени. Результаты измерений занести в протокол поверки.

10.3.4 Провести обработку результатов измерений в соответствии с п. 11.3.

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Обработка результатов измерений массовой концентрации металлов

11.1.1 По результатам измерений, проведенных в соответствии с п. 10.1 настоящей методики поверки, рассчитать среднее арифметическое значение массовой концентрации кобальта в приготовленных согласно приложению А образцах, \bar{C}_p , $\text{мкг}/\text{см}^2$, по формуле

$$\bar{C}_p = \frac{\sum_{i=1}^n C_i}{n} \quad (1)$$

где C_i – измеренное анализатором значение массовой концентрации кобальта, $\text{мкг}/\text{см}^2$;

n – количество повторов измерений на анализаторе, равное пяти.

Рассчитанное по формуле 1 значение массовой концентрации кобальта для образца 1 будет считаться фоном и далее будет обозначено, как \bar{C}_ϕ .

11.1.2 Рассчитать среднее арифметическое значение массовой концентрации кобальта, \bar{C} , $\text{мкг}/\text{м}^3$, для каждого образца с учетом фона по формуле

$$\bar{C} = \frac{(\bar{C}_p - \bar{C}_\phi) \cdot S_{an}}{V_0} \quad (2)$$

где S_{an} – аналитическая площадь образца на анализаторе, равная 1 см^2 ;

V_0 – объем отобранный пробы воздуха, равный $1,0 \text{ м}^3$.

11.1.3 Рассчитать значение относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации кобальта, σ , %, по формуле

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C})^2}{(n-1)}} \cdot \frac{100}{\bar{C}} \quad (3)$$

11.1.4 Рассчитать значение относительной погрешности измерений массовой концентрации кобальта, %, для каждого образца по формуле

$$\Delta_{\bar{C}}^{\text{отн}} = \frac{\bar{C} - C_e}{C_e} \cdot 100 \quad (4)$$

где C_e – действительное (номинальное) значение массовой концентрации кобальта в приготовленных в соответствии приложением А образцах, мкг/м³.

11.1.5 Анализатор считается прошедшим операцию поверки, если:

- диапазон измерений массовой концентрации металлов составляет от 0,01 до 100 мкг/м³;
- полученные значения относительной погрешности измерений массовой концентрации металлов не превышают ±20,0 % в поддиапазоне от 0,01 до 1,00 мкг/м³ включ. и ±15,0 % в поддиапазоне св. 1,00 до 100,00 мкг/м³;
- полученные значения относительного среднеквадратического отклонения измерений массовой концентрации металлов не превышают 15 %.

11.2 Обработка результатов измерений номинального объемного расхода отбираемой воздушной пробы

11.2.1 По результатам измерений, проведенных в соответствии с п. 10.2 настоящей методики поверки, вычислить относительную погрешность номинального объемного расхода отбираемой воздушной пробы (δ_{q_i} , %) по формуле

$$\delta_{q_i} = \frac{q_{\text{си ном}} - q_{\text{эти}}}{q_{\text{эти}}} \cdot 100, \quad (5)$$

где $q_{\text{си ном}}$ – нормированное номинальное значение объемного расхода отбираемой пробы 16,7 дм³/мин.

11.2.2 Результаты операции поверки считать положительными, если относительная погрешность объемного расхода отбираемой воздушной пробы находится в допускаемых пределах ±5 % относительно нормированного номинального значения 16,7 дм³/мин. В противном случае результаты поверки считать отрицательными.

11.3 Обработка результатов измерений массовой концентрации пыли

11.3.1 По результатам измерений, проведенных в соответствии с п. 10.3 настоящей методики поверки, вычислить относительную погрешность измерений массовой концентрации пыли (δ_C , %) по формуле

$$\delta_C = \frac{C_{\text{си}} - C_{\text{зад}}}{C_{\text{зад}}} \cdot 100 \%, \quad (6)$$

где $C_{\text{си}}$ – показание анализатора, мг/м³;

$C_{\text{зад}}$ – заданный уровень массовой концентрации пыли, мг/м³.

11.3.2 Результаты операции поверки считать положительными, если значения относительной погрешности измерений массовой концентрации пыли находятся в допускаемых

пределах $\pm 20\%$ в нормированном диапазоне от 0,01 до 10,00 мг/м³. В противном случае результаты поверки считать отрицательными.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Результаты поверки оформляются протоколом поверки. Рекомендуемая форма протокола поверки в части измерений массовой концентрации металлов приведена в приложении Б. Рекомендуемая форма протокола поверки в части измерений массовой концентрации пыли и номинального объемного расхода отбираемой пробы приведена в приложении В. Протоколы могут храниться на электронных носителях.

12.2 Анализаторы считаются прошедшими поверку с положительным результатом и допускаются к применению, если все операции поверки пройдены с положительным результатом, а также соблюдены требования по защите средства измерений от несанкционированного вмешательства. В ином случае анализаторы считаются прошедшими поверку с отрицательным результатом и не допускаются к применению.

12.3 По заявлению владельца средств измерений или лица, представившего их на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае положительных результатов поверки (подтверждено соответствие средств измерений метрологическим требованиям) выдает свидетельство о поверке, оформленное в соответствии с требованиями к содержанию свидетельства о поверке, утвержденными приказом Министерства промышленности и торговли Российской Федерации от 31.07.2020 № 2510. Нанесение знака поверки на анализаторы не предусмотрено.

12.4 По заявлению владельца средств измерений или лица, представившего их на поверку, с учетом требований методики поверки аккредитованное на поверку лицо, проводившее поверку, в случае отрицательных результатов поверки (не подтверждено соответствие средств измерений метрологическим требованиям) выдает извещения о непригодности к применению средств измерений.

12.5 Сведения о результатах поверки (как положительных, так и отрицательных), а также объем поверки (полная или в сокращенном объеме для меньшего числа измеряемых величин на основании письменного заявления владельца средств измерений или лица, представившего их на поверку, оформленного в произвольной форме) передаются в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений.

Начальник отдела Д-4
ФГБУ «ВНИИОФИ»



Иванов А.В.

Начальник сектора отдела Д-4
ФГБУ «ВНИИОФИ»



Грязских Н.Ю.

Ведущий инженер отдела Д-4
ФГБУ «ВНИИОФИ»



Полунина Е.П.

Начальник НИО-6
ФГУП «ВНИИФТРИ»



Добровольский В.И.

Начальник лаборатории 640
ФГУП «ВНИИФТРИ»



Балаханов Д.М.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

(рекомендуемое)

к методике поверки МП 007.Д4-24

«ГСИ. Анализаторы тяжелых металлов и взвешенных частиц в атмосферном воздухе АММС-100»

МЕТОДИКА ПРИГОТОВЛЕНИЯ ОБРАЗЦОВ ИОНОВ КОБАЛЬТА И ЦИНКА НА ОСНОВЕ РАЗБАВЛЕНИЯ ГСО 7268-96, ГСО 7256-96

A.1 Назначение и область применения

Настоящая методика регламентирует процедуру приготовления образцов ионов кобальта и цинка, предназначенных для поверки и калибровки анализаторов тяжелых металлов в атмосферном воздухе (далее - анализаторы). Значение концентрации образцов обеспечивает проведение измерений массовой концентрации кобальта и цинка в диапазоне от 0,01 до 100 мкг/м³ на анализаторах.

A.2 Нормы и погрешности

A.2.1 Характеристики погрешности образцов оценивают по процедуре приготовления с учетом всех составляющих погрешностей, вносимых на каждой стадии приготовления образцов.

A.2.2 Настоящая методика обеспечивает получение образцов с погрешностью значений массовой концентрации, не превышающих при доверительной вероятности Р=0,95 доверительных интервалов ($\pm\Delta A$), при соблюдении всех регламентированных условий.

A.3 Средства измерений, приборы и реактивы

A.3.1 Стандартный образец состава раствора ионов кобальта ГСО 7268-96.

A.3.2 Стандартный образец состава раствора ионов цинка ГСО 7256-96.

A.3.3 Дозаторы механические одноканальные ВИОНІТ, диапазон объемов дозирования от 100 до 1000 мкл и от 0,5 до 10 мкл, допускаемое относительное отклонение среднего арифметического значения фактического объема дозы от номинального при температуре $(22 \pm 2) ^\circ\text{C}$ от $\pm 2,0$ до $\pm 0,6 \%$.

A.3.4 Колбы мерные 2-го класса точности с притертой пробкой по ГОСТ 1770-74.

A.3.5 Дистиллированная вода по ГОСТ Р 58144-2018. «Вода дистиллированная. Технические условия».

A.3.6 Фильтры обеззоленные «Зеленая лента» по ТУ 6-09-1678-95, диаметром 27 мм¹⁾.

A.3.7 Полипропиленовые или акриловые емкости, высотой не более 4,0 мм, диаметром 27 мм.

A.4 Требования безопасности

A.4.1 Применение ГСО раствора ионов кобальта и цинка не требует соблюдения каких-либо специальных мер безопасности. Необходимо соблюдать только требования инструкций безопасности при работе в химической лаборатории.

A.5 Требования к квалификации оператора

К приготовлению образцов и вычислениям допускают лиц, имеющих квалификацию инженера-химика или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

A.6 Условия приготовления образцов

A.6.1 Приготовление образцов проводят при соблюдении в лаборатории следующих условий:

¹⁾ Возможно использование фильтров и емкостей для проведения измерения других диаметров.

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) , $^{\circ}\text{C}$;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,7 кПа;
- относительная влажность воздуха (60 ± 20) , %.

A.6.2 Подготовленные образцы следует хранить в полипропиленовых или акриловых емкостях с закрытыми крышками при температуре (20 ± 5) $^{\circ}\text{C}$, вдали от прямых солнечных лучей, отопительных приборов.

Образцы устойчивы в течение 1 месяца.

A.7 Приготовление образцов

A.7.1 Приготовление растворов для отбора аликвоты осуществляют следующим образом:

- для приготовления раствора для отбора аликвоты № 1 2,5 мл ГСО 7268-96 помещают в мерную колбу вместимостью 5 мл, доводят до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор будет иметь массовую концентрацию ионов кобальта $500 \text{ мкг}/\text{см}^3$;

- для приготовления раствора для отбора аликвоты № 2 0,25 мл ГСО 7268-96 помещают в мерную колбу вместимостью 5 мл, доводят до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор будет иметь массовую концентрацию ионов кобальта $50 \text{ мкг}/\text{см}^3$;

- для приготовления раствора для отбора аликвоты № 3 0,0025 мл ГСО 7268-96 помещают в мерную колбу вместимостью 5 мл, доводят до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор будет иметь массовую концентрацию ионов кобальта $0,5 \text{ мкг}/\text{см}^3$.

- для приготовления раствора для отбора аликвоты № 11 2,5 мл ГСО 7256-96 помещают в мерную колбу вместимостью 5 мл, доводят до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор будет иметь массовую концентрацию ионов цинка $500 \text{ мкг}/\text{см}^3$;

- для приготовления раствора для отбора аликвоты № 12 0,25 мл ГСО 7256-96 помещают в мерную колбу вместимостью 5 мл, доводят до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор будет иметь массовую концентрацию ионов цинка $50 \text{ мкг}/\text{см}^3$;

- для приготовления раствора для отбора аликвоты № 13 0,0025 мл ГСО 7256-96 помещают в мерную колбу вместимостью 5 мл, доводят до метки дистиллированной водой, закрывают колбу пробкой и перемешивают содержимое колбы, переворачивая её 10 раз. Полученный раствор будет иметь массовую концентрацию ионов цинка $0,5 \text{ мкг}/\text{см}^3$.

A.7.2 Разместить фильтры обеззоленные на дне емкостей. Добавить дозатором в емкости с фильтрами аликвоты соответствующих растворов согласно таблицам А.1, А.2. Оставить в открытом виде на 24 часа.

Массовая концентрация металла в приготовленных образцах, C_s , в $\text{мкг}/\text{см}^2$ рассчитывается по формуле

$$C_s = \frac{C_a \cdot V_a \cdot i}{S} \quad (\text{A.1})$$

где C_a - массовая концентрация металла в растворе для отбора аликвоты в соответствии с таблицей А.1, $\text{мкг}/\text{мл}$;

V_a - аликвоты соответствующих растворов согласно таблицам А.1, А.2, мл;

i – изотонический коэффициент, равный 0,5 для растворов ионов кобальта и цинка;

S – площадь дна емкости с фильтром, диаметром 27 мм, равная $5,72 \text{ см}^2$.

Массовая концентрация металлов в приготовленных образцах, C_s , в $\text{мкг}/\text{м}^3$ рассчитывается по формуле

$$C_3 = \frac{C_S \cdot S_{ah}}{V_0} \quad (A.2)$$

где, S_{ah} – аналитическая площадь образца на анализаторе, см^2 ;
 V_0 – объем отобранный пробы воздуха, м^3 .

Таблица А.1

№ образца	№ раствора для отбора аликовоты	Массовая концентрация кобальта в растворе для отбора аликовоты, C_a , $\mu\text{г}/\text{мл}$	Объем аликовоты, V_a , мл	Массовая концентрация кобальта в образцах, C_3 , в $\mu\text{г}/\text{см}^2$	Массовая концентрация кобальта в образцах, C_3 , в $\mu\text{г}/\text{м}^3$ ¹⁾
1	Вода дистиллированная	0,000	0,20	0,000	0,000
2	ГСО 7268-96	1000	1,10	96,154	96,154
3	ГСО 7268-96	1000	0,50	43,706	43,706
4	1	500	0,30	13,112	13,112
5	1	500	0,20	8,741	8,741
6	2	50	0,40	1,748	1,748
7	2	50	0,20	0,874	0,874
8	3	0,5	0,40	0,017	0,017

¹⁾ Значения массовой концентрации кобальта в образцах, C_3 , в $\mu\text{г}/\text{м}^3$ указаны в расчете на аналитическую площадь образца на анализаторе, равную 1 см^2 , и объем отобранный пробы воздуха, равный 1 м^3 .

Таблица А.2

№ образца	№ раствора для отбора аликовоты	Массовая концентрация цинка в растворе для отбора аликовоты, C_a , $\mu\text{г}/\text{мл}$	Объем аликовоты, V_a , мл	Массовая концентрация цинка в образцах, C_3 , в $\mu\text{г}/\text{см}^2$	Массовая концентрация цинка в образцах, C_3 , в $\mu\text{г}/\text{м}^3$ ¹⁾
1	Вода дистиллированная	0,000	0,20	0,000	0,000
9	ГСО 7256-96	1000	1,10	96,154	96,154
10	ГСО 7256-96	1000	0,50	43,706	43,706
11	11	500	0,30	13,112	13,112
12	11	500	0,20	8,741	8,741
13	12	50	0,40	1,748	1,748
14	12	50	0,20	0,874	0,874
15	13	0,5	0,40	0,017	0,017

¹⁾ Значения массовой концентрации цинка в образцах, C_3 , в $\mu\text{г}/\text{м}^3$ указаны в расчете на аналитическую площадь образца на анализаторе, равную 1 см^2 , и объем отобранный пробы воздуха, равный 1 м^3 .

A.8 Оценка метрологических характеристик образцов

A.8.1 Значения пределов абсолютной погрешности образцов (ΔA), рассчитанные по формуле (A.3), приведены в таблице А.3 .

$$\Delta A = (\delta \cdot C_3)/100 , \quad (A.3)$$

где δ - относительная погрешность приготовления образцов, рассчитываемая по формуле (A.4),

C_3 – массовая концентрация приготовленных образцов.

A.8.2 Относительная погрешность приготовления образцов, %

$$\delta = \sqrt{\delta_1^2 + \delta_2^2 + \delta_3^2} \quad (A.4)$$

$$\delta_1 = (\Delta V_k / V_k) \cdot 100, \quad (A.5)$$

где ΔV_k – погрешность измерений объема мерной колбы (берется в соответствии с ГОСТ 1770-74);

V_k - объем мерной колбы, см³;

δ_2 – границы относительной погрешности ГСО 7268-96, ГСО 7256-96, взятые из паспорта, %;

δ_3 – погрешность дозатора, %.

A.9 Оформление результатов

A.9.1 Рассчитанные значения метрологических характеристик приготовленных образцов записывают в таблицу по форме таблицы А.3.

Таблица А.3

№ образца	Массовая концентрация металла в образцах, C_3 , в мкг/м ³	Абсолютная погрешность массовой концентрации металла в образцах, ΔA , мкг/м ³
1	0,000	0,000
2	96,154	2,150
3	43,706	0,977
4	13,112	0,321
5	8,741	0,214
6	1,748	0,043
7	0,874	0,021
8	0,017	0,0004
9	96,154	2,150
10	43,706	0,977
11	13,112	0,321
12	8,741	0,214
13	1,748	0,043
14	0,874	0,021
15	0,017	0,0004

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)
к методике поверки МП 007.Д4-24
«ГСИ. Анализаторы тяжелых металлов и взвешенных частиц в атмосферном воздухе
AMMS-100»

ПРОТОКОЛ

ПЕРВИЧНОЙ
ПЕРИОДИЧЕСКОЙ

ПОВЕРКИ

Анализаторы тяжелых металлов и взвешенных частиц в атмосферном воздухе AMMS-100

(наименование, тип СИ и модификации в соответствии с описанием типа, в
единственном числе, регистрационный №)

Серийный номер:

Год выпуска:

Изготовитель:

Владелец СИ:

Применяемые средства поверки:

Применяемая методика поверки: МП 007.Д4-24 «ГСИ. Анализаторы тяжелых металлов и
взвешенных частиц в атмосферном воздухе AMMS-100.
Методика поверки», согласованная ФГБУ «ВНИИОФИ»
«27» марта 2024 г.

Условия поверки:

- температура окружающей среды:
- относительная влажность воздуха:
- атмосферное давление:

Место проведения поверки:

Проведение поверки:

1. Внешний осмотр:
2. Опробование:
3. Идентификация программного обеспечения:
4. Определение метрологических характеристик:

Полученные результаты определения метрологических характеристик:

Таблица Б.1 – Таблица измерений

№ образца									
1									
2									
3									
4									
5									
\bar{C}_p , мкг/см ²									
\bar{C} , мкг/м ³									
C_3 , мкг/м ³									
σ , %	-	-	-	-	-	-	-	-	-
$\Delta_{\bar{C}}^{\text{отн}}$, %									

Таблица Б.2 – Определение метрологических характеристик

Метрологическая характеристика	Требования описания типа	Результат (соответствие)
Диапазон измерений массовой концентрации металлов, мкг/м ³	от 0,01 до 100,00	
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации металлов, %: - в поддиапазоне от 0,01 до 1,00 мкг/м ³ включ. - в поддиапазоне св. 1,00 до 100,00 мкг/м ³	± 20 ± 15	
Допустимое относительное среднеквадратическое отклонение измерений массовой концентрации металлов, %	15	

Заключение по результатам поверки:

По результатам поверки средство измерений Анализатор тяжелых металлов и взвешенных частиц в атмосферном воздухе AMMS-100 серийный номер _____ соответствует (не соответствует) метрологическим характеристикам, указанным в описании типа средства измерений, и признается пригодным (не пригодным) к применению

Поверитель:

подпись

Дата поверки:

Фамилия И.О.

Руководитель

подразделения:

подпись

Фамилия И.О.

ПРИЛОЖЕНИЕ В
(рекомендуемое)

**Форма протокола
в части измерений массовой концентрации пыли**

Протокол первичной (периодической) поверки №_____
от _____

1. Наименование и тип поверяемого СИ

Анализаторы тяжелых металлов и взвешенных
частиц в атмосферном воздухе AMMS-100

2. Регистрационный номер СИ

3. Серийный номер СИ

4. Дата изготовления

5. Наименование изготовителя

6. Наименование документа по поверке

7. Место поверки

8. Средства поверки (наименование,
обозначение, заводские номера)

9. Условия поверки

- температура окружающей среды
- относительная влажность окружающей среды
- атмосферное давление

10. Результаты поверки

10.1 Внешний осмотр _____

10.2 Опробование _____

10.3 Определение метрологических характеристик

10.3.1 Проверка номинального объемного расхода отбираемой пробы и определение
относительной погрешности его установки

Нормированный номинальный расход проверяемого СИ, дм ³ /мин	Показание расходомера ($q_{эт\ i}$), дм ³ /мин	Значение относительной погрешности, полученное при поверке ($\delta_{q\ i}$), %	Пределы допускаемой относительной погрешности ($\delta_{q\ доп}$), %
16,7			± 5

10.3.2 Проверка диапазона и определение относительной погрешности измерений массовой концентрации пыли

Заключение по результатам поверки:

Анализатор тяжелых металлов и взвешенных частиц в атмосферном воздухе АММС-100
серийный номер _____ соответствует (не соответствует) установленным
метрологическим требованиям и признается пригодным (непригодным) к применению.