

**Республиканское унитарное предприятие
«Белорусский государственный институт метрологии»
(БелГИМ)**

**СВИДЕТЕЛЬСТВО
о признании аттестованной методики (метода) измерений**

№ 023/2022 от 18 февраля 2022 г.

Методика (метод) измерений массовой концентрации алюминия, бария, бериллия, ванадия, висмута, вольфрама, железа, кадмия, кальция, кобальта, магния, марганца, меди, молибдена, никеля, олова, свинца, титана, хрома, цинка, 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 в пробах промышленных выбросов в атмосферу и воздуха рабочей зоны предприятий (свидетельство об аттестации методики (метода) измерений № 114/242-(01.00250-2008)-2011 от 17.03.2011),

разработанная ОАО «ТОИР», юридический адрес: 190020, г. Санкт-Петербург, Рижский пр., д. 23, лит. А, адрес осуществления деятельности: 190020, г. Санкт-Петербург, Рижский пр., д. 23, лит. А,

установленная в ФР.1.31.2011.09973 (М-01В/2011) «Методика измерений массовой концентрации металлов в выбросах загрязняющих веществ в атмосферу и в воздухе рабочей зоны промышленных предприятий»,

аттестованная ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева», юридический адрес: 190005, Россия, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19, адрес осуществления деятельности: 190005, Россия, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19,

признана действующей сроком на пять лет для применения в Республике Беларусь в целях организации контроля за содержанием металлов и неметаллов в промышленных выбросах в атмосферу от стационарных источников экологически опасных предприятий в соответствии правилами по межгосударственной стандартизации ПМГ 44-2001 «Порядок признания методик выполнения измерений» по результатам экспертизы в БелГИМ (в соответствии с поручением Госстандарта от 10.12.2021 № 13145).

Директор БелГИМ



В.Л.Гуревич

Дата выдачи свидетельства о признании
аттестованной методики (метода) измерений:

«18» февраля 2022 г.

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

**FEDERAL STATE
UNITARY ENTERPRISE
“D.I.MENDELEYEV INSTITUTE
FOR METROLOGY”
(VNIIM)**



**ФЕДЕРАЛЬНОЕ
ГОСУДАРСТВЕННОЕ
УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
“ВНИИМ
им.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА”**

00539

19, Moskovsky pr.,
St. Petersburg,
190005, Russia

Fax: 7 (812) 713-01-14
Phone: 7 (812) 251-76-01
e-mail: info@vniim.ru
http:// www.vniim.ru

190005, Россия,
г. Санкт-Петербург
Московский пр., 19

Факс: 7 (812) 713-01-14
Телефон: 7 (812) 251-76-01
e-mail: info@vniim.ru,
http://www.vniim.ru

**СВИДЕТЕЛЬСТВО
CERTIFICATE**

об аттестации методики (метода) измерений

№ 114/242- (01.00250-2008)-2011

Методика измерений массовой концентрации алюминия, бария, бериллия, ванадия, висмута, вольфрама, железа, кадмия, кальция, кобальта, магния, марганца, меди, молибдена, никеля, олова, свинца, титана, хрома, цинка, 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 в пробах промышленных выбросов в атмосферу и воздуха рабочей зоны, разработанная ОАО «ТОИР» (190020, г. Санкт-Петербург, Рижский проспект, дом 23, литер А) и регламентированная в документе М-01В/2011 «Методика измерений массовой концентрации металлов в выбросах загрязняющих веществ в атмосферу и воздухе рабочей зоны промышленных предприятий» (Санкт-Петербург, 2011 г., 36 стр., взамен М-01В/2001), аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам экспериментальных исследований, проведенных при разработке методики, а также теоретических исследований.

В результате аттестации методики установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на оборотной стороне свидетельства.

Дата выдачи свидетельства 17.03.2011

Заместитель директора
по научной работе и инновациям



В. С. Александров

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Диапазон измерений массовой концентрации элементов в пробах промышленных выбросов в атмосферу и воздуха рабочей зоны указан в табл.1. Границы относительной суммарной погрешности измерений для всех определяемых элементов: $\delta = \pm 24\%*$, при $P=0,95$.

Таблица 1

Промышленные выбросы в атмосферу				Воздух рабочей зоны			
Элемент	Диапазон измерений массовой концентрации элемента, мг/м ³	Элемент	Диапазон измерений массовой концентрации элемента, мг/м ³	Элемент	Диапазон измерений массовой концентрации элемента, мг/м ³	Элемент	Диапазон измерений массовой концентрации элемента, мг/м ³
Алюминий	от 0,050 до 50	Медь	от 0,015 до 30	Алюминий	от 0,050 до 50	Медь	от 0,030 до 5,0
Барий	от 0,040 до 8,0	Молибден	от 0,10 до 10	Барий	от 0,030 до 1,0	Молибден	от 0,50 до 20
Бериллий	от 0,00080 до 0,16	Мышьяк	от 0,10 до 10	Бериллий	от 0,00050 до 0,10	Мышьяк	от 0,20 до 0,80
Ванадий	от 0,20 до 20	Натрий	от 0,10 до 30	Ванадий	от 0,0010 до 0,10	Натрий	от 0,50 до 20
Висмут	от 0,10 до 10	Никель	от 0,0020 до 10	Висмут	от 0,25 до 10	Никель	от 0,020 до 5,0
Вольфрам	от 0,20 до 20	Олово	от 0,20 до 30	Вольфрам	от 0,0010 до 0,10	Олово	от 0,20 до 20
Железо	от 0,010 до 100	Ртуть	от 0,00030 до 0,50	Железо	от 0,010 до 20	Ртуть	от 0,0050 до 0,50
Кадмий	от 0,0030 до 6,0	Свинец	от 0,0010 до 10	Кадмий	от 0,010 до 4,0	Свинец	от 0,0050 до 1,0
Кальций	от 0,10 до 40	Селен	от 0,050 до 10	Кальций	от 0,10 до 20	Селен	от 0,050 до 1,0
Калий	от 0,10 до 10	Сурьма	от 0,10 до 10	Калий	от 0,10 до 10	Сурьма	от 0,20 до 5,0
Кобальт	от 0,010 до 20	Титан	от 0,30 до 20	Кобальт	от 0,010 до 5,0	Титан	от 1,0 до 20
Кремний	от 0,20 до 30	Теллур	0,0050 до 10	Кремний	от 0,20 до 30	Теллур	0,0050 до 5,0
Магний	от 0,050 до 10	Хром	от 0,00150 до 15	Магний	от 0,50 до 5,0	Хром	от 0,0150 до 10
Марганец	от 0,010 до 20	Цинк	от 0,0080 до 20	Марганец	от 0,010 до 5,0	Цинк	от 0,080 до 10

Примечания:

- 1) * - Соответствуют расширенной неопределенности измерений (U , %) при коэффициенте охвата $k = 2$
- 2) Бюджет неопределенности измерений приведен в Приложении к настоящему свидетельству на 2 листах.
- 3) Метрологические характеристики методики соответствуют требованиям РД 52.04.59-85 «Охрана природы. Атмосфера. Требования к точности контроля промышленных выбросов»; ГОСТ 12.1.005-88 «Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны».

Нормативы

Таблица 2

Наименование операции	№ пункта в методике измерений	Контролируемая (проверяемая) характеристика	Норматив
Проверка приемлемости аналитических сигналов при градуировке спектрометра	10.3.1	Модуль разности двух аналитических сигналов, отнесенный к среднему арифметическому	(при $P = 0,95$) $g_1 = 20\%$
Проверка приемлемости градуировочной характеристики (ГХ)	10.3.2	Модуль относительного отклонения среднего значения аналитического сигнала для элемента в ГР, от соответствующего значения по ГХ	$g_2 = 10\%$
Проверка приемлемости результатов двух параллельных измерений	12.1	Модуль разности двух результатов измерений массовой концентрации элемента в анализируемом растворе, отнесенный к среднему арифметическому	(при $P = 0,95$) $g_3 = 20\%$
Контроль стабильности градуировочной характеристики	14.1	Модуль разности двух результатов измерений массовой концентрации элемента в ГР, отнесенный к среднему арифметическому	(при $P = 0,95$) $g_4 = 20\%$
		Модуль относительного отклонения измеренного значения массовой концентрации элемента в ГР от приписанного значения	$K_c = 12\%$
Контроль правильности измерений массы элемента нанесенной на фильтр	14.2	Модуль относительного отклонения измеренного значения массы элемента на фильтре от приписанного значения	(при $P = 0,90$) $K = 18\%$

ГР – градуировочный раствор

Руководитель НИО государственных эталонов в области физико-химических измерений



Л.А.Конопелько

Ведущий специалист



Н.Н.Звягина

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству об аттестации № 114/242- (01.00250-2008)-2011 от 17.03.2011

(на двух листах), лист 1

Бюджет неопределенности измерений массовой концентрации элементов в пробах промышленных выбросов в атмосферу и воздуха рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектроскопии (ААС); калия и натрия методом эмиссионной пламенной фотометрии, а также ртути методом ААС с использованием техники холодных паров

Уравнения для определения массовой концентрации (X) элементов в пробах газа или

воздуха:
$$X = \frac{(C_{np} \cdot K_p) \cdot V_a}{V_0}$$

$$C_{np} = C_a - C_x; \quad C_a = \frac{C_a^I + C_a^{II}}{2}; \quad C_{a(x)} = f(A); \quad K_p = \frac{V_k}{V_{an}};$$

$$V_0 = Q_p \cdot \tau \cdot \frac{273 \cdot (P \pm \Delta P_p)}{101,3(273 + t_p)} \quad \text{или} \quad V_0 = Q_p \cdot \tau \cdot \frac{293 \cdot P}{101,3 \cdot (273 + t_p)}$$

где C_{np}, C_x – массовая концентрация элемента в анализируемом растворе пробы и в растворе «холостого» опыта, мкг/см³; C_a^I, C_a^{II}, C_a – массовая концентрация элемента в анализируемом растворе (два параллельных измерения и среднее арифметическое), мкг/см³; A – аналитический сигнал элемента, у.е.; K_p – коэффициент разбавления исходного раствора; V_k, V_{an} – объем мерной колбы, взятой для приготовления анализируемого раствора и объем аликвоты исходного раствора, см³; V_a – объем анализируемого раствора, см³; V_0 – объем газа отобранной пробы, приведенный к нормальным условиям, дм³; Q_p – объемный расход отбираемого газа, дм³/мин.; τ – время отбора одной пробы, мин.; t_p – температура газа у ротаметра, °С; P – атмосферное давление в момент отбора пробы, кПа; ΔP_p – избыточное давление (разрежение) газа перед ротаметром, кПа.

Расчет расширенной неопределенности измерений проводился в соответствии с Руководством ЕВРАХИМ/СИТАК «Количественное описание неопределенности в аналитических измерениях», СПб 2002 г., второе издание.

Формула для расчёта относительной расширенной неопределенности измерений в долях единицы:

$$U^0 = 2 \cdot u^0$$

$$u^0 = \sqrt{u_{C_{np}}^2 + u_{K_p}^2 + u_{V_a}^2 + u_{V_0}^2 + \sigma_X^2} =$$

$$\sqrt{(u_{C_{гр}}^2 + u_{ГХ}^2 + \sigma_{C_a}^2) + (u_{V_k}^2 + u_{V_{an}}^2) + u_{V_a}^2 + (u_Q^2 + u_\tau^2 + u_p^2 + u_{\Delta P}^2 + u_t^2) + \sigma_X^2}$$

где $u_{ГХ} = \frac{K_c}{\sqrt{3}}$; $\sigma_c = \frac{g_3}{2,8 \cdot \sqrt{2}}$; σ_X – относительное стандартное отклонение результатов

измерений, полученное экспериментальным путем, при отборе двух параллельных проб.

Расшифровка составляющих приведена в таблице 1

Составляющие неопределённости измерений массовой концентрации элементов

Таблица 1

Источник неопределенности		Тип оценки*	Относительная стандартная неопределенность, %	
			AL, Fe, Cd, Ca, K, Co, Mg, Cu, As, Na, Zn	Ba, Be, V, Bi, W, Si, Mn Mo, Ni, Sn, Hg, Pb, Se
Измерение массовой концентрации в растворе пробы, $u_{C_{пр}}$	приготовление ГР, $u_{C_{ГР}}$	B	2,9	2,9
	построение ГХ, $u_{ГХ}$	B	4,0	6,9
	разброс экспериментальных данных, σ_C	A	4,0	5,0
Коэффициент разбавления, u_{K_p}	объем колбы, u_{V_k}	B	0,58	0,58
	объем аликвоты, $u_{V_{ал}}$	B	0,58	0,58
Объем анализируемого раствора, u_{V_a}		B	0,58	0,58
Возможные потери при переводе пробы в раствор**, u_n		B	2,9	2,9
Объем газа, прошедший через фильтрующий материал, приведенный к нормальным условиям, u_{V_0}	объемный расход, u_Q	B	3,8	3,8
	измерение время отбора пробы u_t	B	0,05	0,05
	измерение давления, u_p	B	0,08	0,08
	измерение разряжения (давления), $u_{\Delta P}$	B	1,0	1,0
	измерение температуры, u_t	B	0,21	0,21
Относительное стандартное отклонение результатов измерений		A	6,0	6,0
Относительная суммарная стандартная неопределенность, u^0			10,1	11,9
Относительная расширенная неопределенность при коэффициенте охвата $k=2, U^0$			20,2	23,8
Принято:			24	

Примечание

*¹ Оценка (неопределенности) типа A получена путем статистического анализа ряда наблюдений. Оценка (неопределенности) типа B получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.

**¹ Экспертная оценка.