Научно – исследовательский институт стекла

ООО "НИИС"

УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор

ООО НИИС

Клегг Ю.Д.

" 2001 г.

М Е Т О Д И К А

РАЗДЕЛЬНОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ МОНО - И ДИОКСИДА АЗОТА В ВЫБРОСАХ СТЕКОЛЬНОГО ПРОИЗВОДСТВА

№ ЛПЭ –13/05

Разработчик: лаборатория промышленной экологии и безопасности труда

НИИСтекла (601550 г. Гусь - Хрустальный, Владимирская обл., Интернациональная, 114)

Тел/факс: (49241) 2-53-02

Тел.: (49241) 93-1-04

г. Гусь – Хрустальный

gost.e-ecolog.ru

СОДЕРЖАНИЕ

СТР.

1 Характеристика погрешности измерений 3

2 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы 3

3 Метод измерений 7

4 Требование безопасности 8

5 Требования к квалификации оператора 8

6 Условия выполнения измерений 9

7. Подготовка к выполнению измерений 9

7.1 Приготовление растворов и материалов 9

7.2 Приготовление градуировочных растворов 11

7.3 Построение градуировочной характеристики 13

7.4 Подготовка измерительной аппаратуры 15

8 Отбор проб 15

9 Выполнение измерений 16

10 Обработка результатов измерений 17

11 Контроль погрешности 18

12 Оформление результатов измерений 20

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений (в дальнейшем МВИ) массовых концентраций оксида и диоксида азота (NO и NO_2) раздельно в промышленных выбросах стекольного производства

Диапазон измеряемых концентраций: от 5 до 1300 мг / $м^3$.

Область применения градуировочной характеристики: от 0,50 до 100 мкг в градуировочном растворе.

Определению мешают оксиды серы и нитросоединения, легко отщепляющие нитрит-ион, влияние которых устраняется в ходе отбора проб и проведения химического анализа.

1. Характеристики погрешности измерений

Границы относительной погрешности: ± 25 % при доверительной вероятности 0,95.

2. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

При выполнении измерений должны применятся средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы, представленные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование, тип, марка	ГОСТ, ТУ, или обозначение	Основные характеристики
1	2	3
1.Электроаспиратор модель		Основная погрешность ротаметров в диапазоне от 15 до 20 $дм^3$/мин – не более 1 $дм^3$/мин
2.Фотоэлектро–колориметр КФК - 2 или КФК – 3	ТУ 3 –3.1766-82, ТУ 3 –3.1860-85, ТУ 3 –3.2164-89	
3. Весы лабораторные 2-го класса точности ВЛР – 200	ГОСТ 24104–80	
4.Меры массы Г-2-210	ГОСТ 7328-82	
5. Термометр лабораторный ТЛ – 3	ГОСТ 215–73	Диапазон измерений: от 0 до 500 °С Цена деления: 2 °С
6. Барометр анероид		Основная погрешность, не более : 200 Па
7. Секундомер механический	ГОСТ 8-423–81	Погрешность, не более : 0,1 с за 3 с

1	2	3
8. Пробоотборная трубка		Выполнена из кварцевого стекла длина L=0,5-2 м, D =5-8 мм
9. Поглотительные сосуды Зайцева	ТУ 25-11-1136-75	
10.Шланги соединительные	ГОСТ 54962–78	Резина медицинская, внутренний диаметр 5-7 мм
11. Вакуумметр (манометр)	ГОСТ 2405-88	
12. Пинцет	ТУ 2-31-32-73	
13. Каолиновое волокно	ТУ 1.245-77	
14.Цилиндры мерные	ГОСТ 1700-74 Е	Вместимость 250 $см^3$.
15.Колбы мерные	ГОСТ 1770–74 Е	Вместимость 50, 100, 1000 $см^3$
16. Колба	ТУ 92-891.029-91	Вместимость 500 $см^3$
17. Пипетки мерные	ГОСТ 29169-91, ГОСТ 29227-91	Вместимость –1 $см^3$ 1 класса точности; 2, 5, 10 $см^3$ 2 класса точности
18. Воронки	ГОСТ 25336-82	Диаметр - 7мм.
19. Пробирки круглодонные	ГОСТ 1770-74	Вместимость - 10 $см^3$

1	2	3
20. Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72	
21. Стеклянная трубка		L=250 мм, D =5 мм
22. Кислота ледяная уксусная	ГОСТ 62 – 75	х. ч.
23. Патрон с силикагелем	Рис.1	Стеклянная трубка L = 40 мм, d = 5 – 8 мм, наполненная силикагелем
24. Реактив Грисса – Илосвая	ТУ 6.09.3589 – 70	ч. д. а.
25. Хрома оксид (VI)	ГОСТ 3776 – 78	ч. д. а.
26. Кислота серная	ГОСТ 4204 – 77	х. ч. (ρ = 1,83 г/ см^3)
27. Калий марганцовокислый	ГОСТ 20490 – 75	ч. д.а.
28. Вода дистиллированная дéионизированная	ГОСТ 6709 – 72	
29. Ацетон	ГОСТ 2603 – 79	ч. д. а.

1	2	3
30. Государственный стандартный образец состава раствора нитрит -иона	ГСО 7012-93 + 7014-93	
31. Нитрит натрия	ГОСТ 4197 - 74	х. ч.
32. Стандартные образцы состава газовых смесей	ГСО 4029-87	Контроль погрешности

Примечание:

Все перечисленные средства измерения и реактивы могут быть заменены другими, с аналогичными метрологическими характеристиками.

Все средства измерений должны быть поверены в соответствии с нормативной документацией.

3. Метод измерения

Метод измерения основан на окислении оксида азота до диоксида, поглощении диоксида в раствор с образованием азокрасителя и последующем фотометрическом определении нитрит ионов.

4. Требования безопасности

К проведению работ по отбору и анализу проб промышленных выбросов допускаются лица не моложе 18 лет, обученные и аттестованные для проведения данного вида работ, а так же изучившие правила по технике безопасности, утвержденные в стекольной отрасли.

При отборе проб загрязняющих веществ исполнитель должен быть обеспечен индивидуальными средствами защиты в соответствии с ГОСТ 12.4.011-89, в том числе средствами защиты органов дыхания ГОСТ 12.4.034-85, рук ГОСТ 12.4.020-82*.

Места проведения замеров должны иметь ограждения в соответствии с требованиям ГОСТ 12. 4..059-89.

Работы на высоте следует проводить руководствуясь СНиП III-4-80.

Лабораторные помещения, в которых выполняется анализ, должны быть оборудованы вентиляционными системами (СНиП 2.04.05-91), обеспечивающими чистоту воздуха рабочей зоны согласно требованиям ГОСТ 12.1.005 - 88.

Исполнитель должен быть подробно ознакомлен со специфическими свойствами и действием на организм применяемых веществ (реактив Грисса-Илосвая – канцероген, хромовый ангидрид – вещество 1 класса опасности, ацетон, концентрированные кислоты и др.).

При выполнении анализов необходимо соблюдать требования пожарной и электоробезопасности ГОСТ 12.1.004-91* и ГОСТ 12.1.019-79*.

Лица, занимающиеся отбором и анализом проб газов, должны проходить предварительные и периодические медицинские осмотры, обучение методам отбора и анализа проб выбросов вредных веществ и правилам обращения с защитными средствами.

5.Требования к квалификации оператора

К работе по отбору проб могут быть допущены лица, имеющие опыт отбора проб промышленных выбросов и изучившие МВИ. Химический анализ проб может проводить инженер или техник, имеющий химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, изу-

чивший МВИ и освоивший технику работ на используемых средствах измерения и оборудовании.

6.Условия выполнения измерений

6.1 Отбор проб проводят при следующих условиях:

- температура в газоходе – 400 ^{0}C, не более;
- давление – от 745 до 775 мм рт. ст.;
- содержание пыли - 1000 мг / м^3, не более;
- относительная влажность – 80 %, не более.

6.2 При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- температура окружающей среды - (25 $\pm$10) ^{o}C
- относительная влажность окружающей среды - от 30 % до 80 %;
- атмосферное давление - от 96 до 104 кПа /от 720 до 780 мм рт. ст./.

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений должны быть выполнены следующие работы: подготовка измерительной аппаратуры (фотоэлектрокалориметра), приготовление растворов, построение градуировочной характеристики.

7.1. Приготовление растворов и материалов

7.1.1. Составной реактив Грисса – Илосвая

Готовят растворением 1,0 г предварительно растертого реактива Грисса в 250 см^3 свободной от нитритов воды. К этому раствору добавляют 50см^3 ледяной уксусной кислоты. В приготовленный раствор добавляют 30 см^3 ацетона.

Срок хранения 15 дней в темной банке.

7.1.2. Рабочие растворы для построения градуировочной характеристики (массовые концентрации нитрит иона Р1 и Р2, Р1=10 мкг / см^3, Р2=1 мкг / см^3)

7.1.2.1 Готовят из ГСО путем разбавления его дистиллированной водой в мерной колбе.

Раствор готовят перед употреблением

7.1.2.2 В случае отсутствия ГСО, раствор для построения градуировочной характеристики готовят из нитрита натрия. Для этого 3 г нитрита натрия сушат при температуре 60^0С в течение двух часов до постоянного веса, из них навеску 0,150 г растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 $см^3$. Раствор консервируют добавлением 1 $см^3$ хлороформа. Массовая концентрация полученного исходного раствора (в расчете на нитрит-ион) Р=100 мкг/$см^3$

Срок хранения раствора две недели в темном месте.

7.1.2.3 Рабочий раствор нитрита натрия массовой концентрации Р1 готовят разбавлением в десять раз 10 $см^3$ исходного раствора в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ дистиллированной водой.

Срок хранения раствора 3 дня.

7.1.2.4 Рабочий раствор нитрита натрия массовой концентрации Р2 готовят разбавлением в десять раз10 $см^3$ раствора Р1 в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$ дистиллированной водой.

Раствор используют свежеприготовленным.

7.1.3. Окислительная трубка

Стеклянную трубку (L = 250 мм, d = 5 мм) набивают оксидом хрома. Длина слоя не менее 20 мм.

7.1.4. Окислительная смесь (применяется взамен окислительной трубки).

К 20 $см^3$ 5 % водного раствора калия марганцовокислого прибавляют 2 $см^2$ серной кислоты, разбавленной водой в отношении 1 : 2. Раствор готовят в колбе вместимостью 100 $см^3$.

Используют свежеприготовленный.

7.1.5. Фильтровальный патрон 1

Служит для предотвращения коррозии поплавка в ротаметре. Стеклянную трубку (L = 40 мм, d = 5 мм) набивают силикагелем.

7.1.6. Фильтровальный патрон 2

В носик пылезаборной трубки вставляют тампон с каолиновым волокном.

7.2. Приготовление градуировочных растворов

7.2.1. Градуировочные растворы с массой нитрит-ионов от 0.5 до 9 мкг (для диапазона концентраций от 5 до 90 мг/м^3 , диапазон I) готовят в мерных колбах вместимостью 50 см^3. Для этого в каждую колбу наполненную на 50 % реактивом Грисса-Илосвая добавляют рабочий раствор для приготовления градуировочной характеристики Р2 в соответствии с таблицей № 2, после чего объем растворов доводят до метки водой и перемешивают .

Таблица 2

Номер градуировочного раствора	**0 (холостая)**	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**	**8**
Объем раствора Грисса-Илосвая; см^3	По 25 см^3 в каждую колбу								
Объем раствора для построения ГХ Р2=1мкг/см^3 ;	0	0.5	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	9.0
Объем воды дистиллированной, см3	Доводят до 50 см^3								
Масса нитрит-ионов в 50 см^3 градуировочного раствора ; мкг:	0	0.5	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	9.0

7.2.2. Градуировочные растворы с массой нитрит-ионов от 10 до 100 мкг (для диапазона концентраций от 70 до 1300 мг/м^3 , диапазон II) готовят в мерных колбах вместимостью 50 см^3. Для этого в каждую

колбу наполненную на 50 % реактивом Грисса-Илосвая добавляют рабочий раствор для приготовления градуировочной характеристики Р1=10 мкг/см^3 в соответствии с таблицей №3, после чего объем растворов доводят до метки водой и перемешивают.

Таблица 3

Номер градуировочного раствора	**0 (холостая)**	**1**	**2**	**3**	**4**	**5**	**6**	**7**	**8**
Объем раствора Грисса-Илосвая; см^3	По 25 см^3 в каждую колбу								
Объем раствора для построения ГХ Р1=10 мкг/см^3 ; см^3	0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0	6.0	7.0	10.0
Объем воды дистиллированной, см3	Доводят до 50 см^3								
Масса нитрата натрия в пересчете нанитрит- ионы в 50 см^3 градуировочного раствора ; мкг:	0	10	20	30	40	50	60	70	100

Погрешность массы нитрит-ионов в градуировочных растворах не превышает ± 5 %.

7.3. Построение градуировочной характеристики (ГХ)

7.3.1. Для построения градуировочной характеристики при массе нитрит ионов в растворе от 0,5 до 9,0 мкг (для диапазона массовых концентраций от 5 до 90 мг/м3, диапазон I) используют кювету с расстоянием между рабочими гранями 50 мм, диапазон I), для диапазона II (при массе нитрит -ионов в растворе от 10 до 100 мкг) используют кювету с расстоянием между рабочими гранями 5 мм.

7.3.2 Для каждой градуировочной характеристики для разных серий измерения выполнять в разные дни. Градуировочные растворы готовят в день выполнения измерений.

Для развития окраски градуировочные растворы выдерживают 30 мин. Затем растворы, поочередно, заливают в кювету и измеряют оптическую плотность при λ = 540 нм относительно холостой пробы.

За результат измерения оптической плотности i-го градуировочного раствора в серии принимают среднее из двух параллельных определений (два раза заполняют кювету), если абсолютная величина разности между ними, отнесенная к среднему значению, не превышает 0,05.

За результат принимают среднее арифметическое из трех измерений (трех серий, D_i), при выполнении условия:

$$(D_{imax} - D_{imin}) \cdot 100 / D_i \leq R_D,$$

где i – номер градуировочного раствора, i от 1 до 8 ;

D_{imax} , D_{imin} – максимальное и минимальное значения оптической плотности в сериях;

R_D – норматив контроля, R_D= 12 % .

7.3.3 Градуировочная характеристика описывается линейным уравнением:

$$D = A + B \cdot m \qquad (1)$$

где : m - масса нитрит-ионов в растворе, мкг ,

A и B - коэффициенты, определяющиеся методом наименьших

квадратов по формулам:

$$A = \frac{\sum m_i^2 \sum D_i - \sum m_i \sum m_i D_i}{n\sum m_i^2 - (\sum m_i)^2} \qquad (2)$$

где D_i - оптическая плотность i-го градуировочного раствора;

n - количество градуировочных растворов; $n = 8$.

$$B = \frac{n\sum m_i D_i - \sum m_i \sum D_i}{n\sum m_i^2 - (\sum m_i)^2} \qquad (3)$$

7.3.4 В случае необходимости, по полученным значениям оптической плотности строят график, откладывая по оси абсцисс содержание нитрит -ионов в растворе, а по оси ординат соответствующее значение оптической плотности.

Рекомендуемый масштаб:

(диапазон I): ось абсцисс: 1 см – 0.5 мкг;

ось ординат: 1 см – 0,025;

(диапазон II): ось абсцисс: 1 см - 5 мкг;

ось ординат: 1 см - 0,025

7. 4 Подготовка измерительной аппаратуры

Подготовку к работе фотоэлектрокалориметра провести в соответствии с паспортом.

8 Отбор проб

8.1 Отбор проб осуществляют на поглотители Зайцева в которые заливают по10 $см^3$ реактива Грисса-Илосвая.

8.2 Для отбора проб собирают систему показанную на рисунке. Первые два поглотительных прибора служат для поглощения двуокиси азота, третий – для окисления оксида в диоксид, а последние два – для поглощения диоксида, образовавшегося из оксида путем его окисления.

8.3. В качестве окислительной смеси взамен хромового ангидрида можно использовать смесь марганцовокислого калия с серной кислотой, приготовленной в соответствии с п. 7.1.4. Для этого 5 – 6 $см^3$ смеси заливают в поглотительные сосуды Зайцева и устанавливают один поглотитель с окислительной смесью между 2 и 3 поглотительными приборами.

8.4 В носик газозаборной трубки вставляют тампон из каолинового волокна для отделения пыли.

8.5 Перед отбором проб проверяют систему на герметичность.

Для этого устанавливают расход газа по ротаметру 5-10 $дм^3$/мин и закрывают

"носик" пробоотборной трубки. При этом показание реометра должно стать

нулевым.

8.6 Газозаборную трубку вставляют в газоход, выдерживают ее 2 минуты, а затем отбирают пробы при расходе газов по ротаметру 0,5 $дм^3$/мин. Время отбора до появления первых признаков розового цвета.

Количество проб - от одной до семи.

Общее время отбора - не менее 20 минут.

В таблице 4 показана зависимость расхода воздуха по ротаметру, числа отбираемых проб от ожидаемых концентраций NO и NO_2.

Таблица 4

Наименование параметров	Концентрация; мг/ $м^3$	
	5 – 70	70 - 1300
1	2	3
Расход воздуха, $дм^3$/мин.	0,5	0,5
Количество проб; шт. не менее	5	7

9 Выполнение измерений

9.1 Растворы с отобранными пробами переносят в лабораторию, выдерживают 30 минут для развития окраски, затем фотометрируют при длин волны λ = 540 нм в кюветах с толщиной слоя жидкости 50 мм при слабо розовой окраске и 5 мм при интенсивной окраске. Кювету сравнения заполняют составным реактивом Грисса-Илосвая (холостая проба).

9.2 Для каждой отобранной пробы по ГХ определяют содержание нитрит -ионов в каждом поглотительном сосуде и результаты суммируют.

При раздельном определении оксида и диоксида азота, суммируют результаты для первого и второго поглотительных приборов.

10 Обработка результатов измерений

Массовая концентрация оксидов азота в промышленных выбросах (С, мг/м^3) рассчитывается по формуле:

$$C = \frac{2 \cdot m \cdot K}{V_0} \qquad (4)$$

где:

m – масса нитрит-ионов (суммарная), найденная по градуировочной характеристике, мкг;

К - отношение объема поглотительного раствора (суммарного) с пробами к 50 см^3,

2-коэффициент, учитывающий образование 1 молекулы нитрит-иона из 2 молекул диоксида азота,

V_0 – объем аспирированного воздуха, приведенного к нормальным условиям, дм^3;

Для приведения аспирированного воздуха к нормальным условиям используют формулу:

$$V_0 = \frac{V \cdot T \cdot (B-P)}{(T + t_1) \cdot B} \qquad (5)$$

где: V – объем аспирированного воздуха, дм^3;

Т – температура 273 К;

В – нормальное атмосферное давление, В=760 мм рт. ст.;

Р – разрежение перед электроаспиратором, мм рт. ст.;

t_1 – температура воздуха на входе в электрораспиратор , ^{0}С;

Объем аспирированного воздуха вычисляют по формуле:

$$V = L \cdot t \qquad (6)$$

где: L – расход воздуха по ротаметру, дм^3/мин.;

t – время отбора пробы, мин.

11 Контроль погрешности

11.1 Контроль погрешности построения градуировочной характеристики

Контроль осуществляется после построения ГХ.

Результат контроля признается положительным при выполнении условия:

$$|m_i^* - m_i| \cdot 100 / m_i \le R_m \qquad (7)$$

где m_i^* - масса нитрит -ионов в i- м градуировочном растворе, найденная по ГХ, мкг;

m_i – масса нитрит -ионов в i- м градуировочном растворе (приписанное значение), мкг;

R_m – норматив контроля, R_m = 18 % для i = 1, R_m =12 % для i от 2 до 8.

При отрицательном результате контроля перестраивают ГХ.

11.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль осуществляется не реже 1 раза в квартал, а также после смены реактивов, после ремонта фотоколориметра, при изменении условий измерения или по указанию начальника лаборатории.

Для контроля используют градуировочные растворы № 2, 5, 8 (для каждого из диапазонов), в которых определяют содержание нитрит-ионов по ГХ согласно МВИ.

Результат контроля признается положительным при выполнении условия:

$$|m_i'' - m_i| \cdot 100 / m_i \le R_s \qquad (8)$$

где m_i'' - масса нитрит -ионов в контрольном растворе, найденная по ГХ мкг;

m_i – масса нитрит -ионов в контрольном растворе (приписанное значение),, мкг;

R_s – норматив контроля, R_s = 15 %.

При отрицательном результате контроля перестраивают ГХ.

11.3 Контроль погрешности измерений

Контроль погрешности измерений проводят по указанию начальника лаборатории на этапе освоения методики, а также по требованию контролирующих организаций. Контроль осуществляется путем анализа газовой смеси диоксида азота с азотом (ГСО 4029-87).

Проводят отбор двух параллельных проб и анализируют в соответствии с МВИ.

Результаты контроля считаются положительными при выполнении условий:

$$\frac{|C_{kj} - C_k|}{C_k} \cdot 100 \le K; \qquad (9)$$

$$\frac{2|C_{k1} - C_{k2}|}{C_{k1} + C_{k2}} \cdot 100 \le K_{cx}; \qquad (10)$$

где $C_к$ – приписанное значение массовой концентрации диоксида азота, приведенное к температуре 273 К и давлению 101,3 кПа, мг/м^3;

$C_{кj}$ – значение массовой концентрации диоксида азота в j-ой пробе (j- номер определения, j от 1 до 2), приведенное к температуре 273 К и давлению 101,3 кПа, мг/м^3;

К – норматив контроля погрешности, К=22 %;

$К_{сх}$ - норматив контроля сходимости результатов параллельных определений,

$К_{сх}$ =15 % (Р = 0,95).

При отрицательном результате контроля приостанавливают работу до выяснения причин.

12 Оформление результатов измерений

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$C \pm \Delta, \quad мг/м^3, \quad P=0,95,$$

где $\pm \Delta$ - границы абсолютной погрешности измерения , $\Delta=0,25 \cdot C$

При контроле за содержанием оксидов азота в выбросах предприятий стекольного производства, полученные значения массовых концентраций осредняют в соответствии с ОНД-90.

Результаты измерений оформляются протоколом с указанием цели проведения измерений и основных характеристик выброса. Протоколы подписываются ответственным за отбор проб, проведение химического анализа, руководителем лаборатории и утверждаются руководителем предприятия.

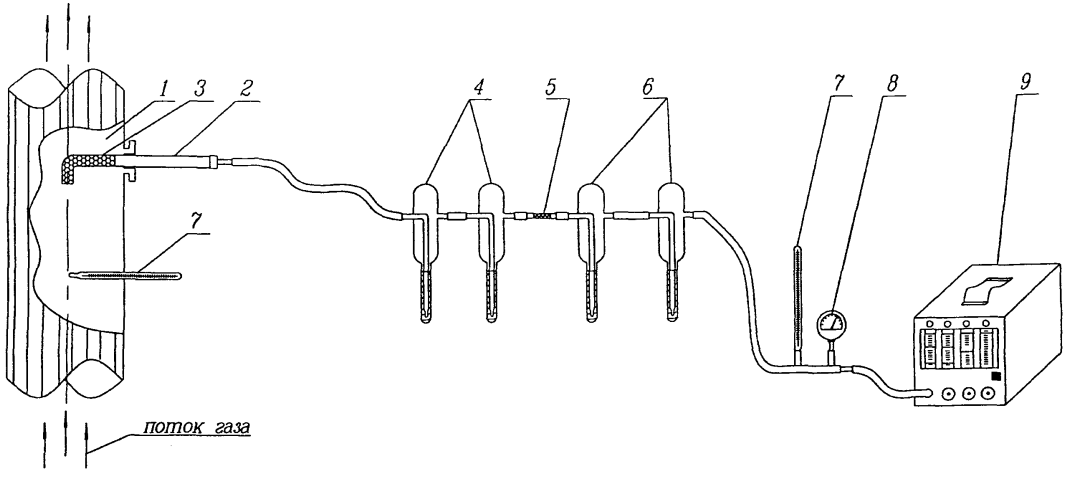


Рис. Схема отбора проб моно- и диоксида азота

1 *Воздуховод*

2 *Пробоотборная трубка*

3 *Фильтровальный патрон*

4 *Поглотительные сосуды для отбора проб монооксида азота*

5 *Стеклянная трубка с окислительной смесью*

6 *Поглотительне сосуды для отбора проб диоксида азота*

7 *Термометр*

8 *Вакуумметр*

9 *Электроаспиратор*

КОМИТЕТ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

D.I.MENDELEYEV INSTITUTE FOR METROLOGY (VNIIM)

State Centre for Measuring Instrument Testing and Certification

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ "ВНИИМ им.Д.И.Менделеева"

Государственный сертификационный испытательный центр средств измерений

19 Moskovsky pr. St.Petersburg 198005, Russia
Fax (812) 113 01 14
Phone (812) 251 76 01
(812) 259 97 59
E-mail: hal@onti.vniim.spb.su

198005 Санкт-Петербург, Московский пр., 19
Факс (812) 113 01 14
Телефон (812) 251 76 01
(812) 259 97 59
Телетайп 821 788
E-mail: hal@onti.vniim.spb.su

СВИДЕТЕЛЬСТВО

SERTIFICATE

OF COMPLIANCE

№ _____ об аттестации МВИ

№ 2420/144-2001

Методика выполнения измерений массовой концентрации оксида и диоксида азота в выбросах стекольного производства, разработанная ООО НИИСтекло (601550, г. Гусь-Хрустальный, Владимирская обл., Интернациональная, 114) и регламентированная в документе № ЛПЭ-13/05 «Методика раздельного определения моно-и диоксида азота в выбросах стекольного производства» аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке МВИ.

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

Дата выдачи свидетельства 6 августа 2001 г.

Руководитель лаборатории государственных эталонов в области аналитических измерений _____ Л. А. Конопелько

тел. (812) 315-11-45

ООО "НИИС"

Метрологические характеристики МВИ:

Диапазон измерений массовой концентрации оксида и диоксида азота:
от 5 до $13 \cdot 10^2$ мг/м^3

Границы относительной погрешности результата измерений (при доверительной вероятности 0,95): **± 25 %**

Нормативы контроля погрешности измерений

Наименование операции	№ пункта в документе на МВИ	Контролируемая характеристика	Норматив контроля
Контроль сходимости результатов параллельных определений оптической плотности раствора	7.3.2	Разность результатов двух определений оптической плотности, отнесенная к среднему арифметическому	0,05
Контроль сходимости результатов измерений оптической плотности градуировочного раствора	7.3.2	Размах средних значений оптической плотности i-го градуировочного раствора (по трем сериям), отнесённый к среднему арифметическому (P=0,95)	R_D = 12%
Контроль погрешности построения градуировочной характеристики	11.1	Модуль относительного отклонения результата измерений массы нитрит-ионов в градуировочном растворе от приписанного значения	R_m = 18 % для i=1; R_m = 12 % для i от 2 до 8
Контроль стабильности градуировочной характеристики	11.2	Модуль относительного отклонения результата измерений массы нитрит-ионов в контрольном растворе от приписанного значения	R_s = 15 %
Контроль погрешности измерений массовой концентрации диоксида азота	11.3	Модуль относительного отклонения результата измерений массовой концентрации диоксида азота в контрольной газовой смеси от заданного значения (для P=0,90)	K = 22 %
Контроль сходимости результатов параллельных определений массовой концентрации диоксида азота в контрольной газовой смеси	11.3	Размах двух результатов, отнесенный к среднему арифметическому (для P=0,95)	$K_{сх}$=15 %

Ведущий научный сотрудник О. А. Пинчук

Методика прошла с положительным результатом экспертизу во ВНИИ «Атмосфера» Минприроды РФ (Экспертное заключение № 150/33 – 09 от 05/04/2001)

gost.e-ecolog.ru