МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Федеральный научно-методический центр анализа и мониторинга окружающей среды МПР России»



_____ Г.М. Цветков

"23" 12 2004 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА И ВЫБРОСОВ В АТМОСФЕРУ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ ДОЛИ МАРГАНЦА В ПРОБАХ ПЫЛИ ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСОВ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 13.1.47-04

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
2004 г.

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена ФГУ «Федеральный научно-методический центр анализа и мониторинга окружающей среды МПР России» (ФГУ «ФЦАМ МПР России»)

Зам. директора ФГУ «ФЦАМ» - главный метролог С.А. Струков

Разработчик: ФГУ «Федеральный научно-методический центр анализа и мониторинга окружающей среды МПР России» (ФГУ «ФЦАМ МПР России»)
Адрес: 115114, г. Москва, Кожевнический проезд, 4/5
Телефон/факс: (095) 235-84-02, 235-62-28.

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений концентрации марганца в промвыбросах при массовой доле в пыли (0,02 – 2)% фотометрическим методом.

Методика неприменима при наличии в выбросах окрашенных веществ.

1 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1,2.

Таблица 1

Значения показателя точности при определении содержания пыли в промышленных выбросах при и вероятности P=0,95

Показатели точности (граница относительной погрешности) ±δ, %
25

Таблица 2

Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости методики

Диапазон измерений массовой доли в пыли, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ, %
от 0,02 до 2 вкл.	6	8	16

Значения показателя точности методики используют при:

– оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией,

– оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;

– оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории.

2 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.1 Средства измерений

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны 530-550 нм	
Кюветы с толщиной оптического слоя 50 мм	
Аспирационные устройства типа ПУ	ТУ 4215-000-11696625
Пневмометрические трубки	ГОСТ 17.2.4.06-90
Манометры	ТУ 4212-002-40001819
Колбы мерные вместимостью 50, 250, 1000 $см^3$	ГОСТ 1770-74
Пипетки градуированные вместимостью 5, 10 $см^2$, 2 класса точности	ГОСТ 29227-91
ГСО с аттестованным содержанием ионов марганца и погрешностью не более 1% при P=0,95	
Весы лабораторные, например ВЛР-200	ГОСТ 24104-2001
Гири	ГОСТ 7328-2001
Реометр	ГОСТ 9932-75
Барометр-анероид	ТУ 25-11.1513
Термометры ТЦМ-9210	ТУ 4210-0021328-2997
Термометр стеклянный жидкостной от 0 до 250 ^0C	ГОСТ 28498-90

2.2 Вспомогательные устройства

Трубки пылезаборные с набором наконечников	ГОСТ Р 50820-95
Фильтровальные патроны Патроны с тканевыми и бумажными фильтрами	
Держатель для фильтров	
Стекловолокно	ГОСТ 10727-74
Вата медицинская	ГОСТ 5556-81
Фильтры АФА	ТУ 95-743-80
Электроплитка	ГОСТ 14919-83
Трубка резиновая полувакуумная, тип 1	ГОСТ 5496-77
Сушильный шкаф	
Стаканы термостойкие В-1-150, 300 ТС	ГОСТ 25336-82
Воронки для фильтрования, стеклянные В-25-50- ХС	ГОСТ 25336-82
Эксикатор	ГОСТ 25336-82
Чашки платиновые и тигли	ГОСТ 6563-75
Фильтры "белая лента " диаметром 9 см	ТУ 6-09-1678-77
Универсальная индикаторная бумага pH	ТУ 09-1181-76

2.3 Реактивы

Кислота азотная, х.ч.	ГОСТ 4461-77
Кислота соляная, х.ч.	ГОСТ 3118-77
Кислота серная, х.ч.	ГОСТ 4204-77
Кислота ортофосфорная, х.ч.	ГОСТ 6552-80
Кислота фтористоводородная, чда.	ГОСТ 10484-78
Калий йоднокислый (периодат), чда.	ТУ 6-09-02-364-83
Водорода пероксид, чда.	ГОСТ 10929-76
Калий марганцовокислый, хч.	ГОСТ 20490-75
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72

Примечание. Допускается использование средств измерения, оборудования, реактивов и материалов с метрологическими и техническими характеристиками не хуже указанных.

3 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Метод основан на измерении интенсивности окраски раствора марганцевой кислоты, полученной при окислении ионов двухвалентного марганца до семивалентного йоднокислым калием (периодатом) в сернокислой среде. Оптическую плотность раствора измеряют с помощью фотоэлектроколориметра при длине волны 530-550 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При выполнении измерений необходимо соблюдение требований техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

4.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

4.3 Организация обучения работников безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90.

4.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

4.5 При отборе проб все исполнители должны быть проинструктированы по условиям безопасной работы на предприятии.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке результатов допускаются лица, имеющие специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшие соответствующий инструктаж, освоившие технику фотометрического анализа и уложившиеся в нормативы при выполнении процедур контроля точности результатов измерений.

6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	(20±5) °С;
атмосферное давление	(97,3-104,6) кПа, (730-780 мм рт.ст.);
влажность воздуха	не более 80 % при температуре 25°С;
частота переменного тока	(50+1) Гц;
напряжение в сети	(220±22) В.

7 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Подготовка прибора

Подготовку прибора к работе и оптимизацию условий измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

7.2 Приготовление растворов

7.2.1 Приготовление основного и рабочего градуировочных растворов марганца с концентрацией 0,1 мг/см^3 и 0,02 мг/см^3

Основной градуировочный раствор готовят из ГСО с аттестованным содержанием ионов марганца в соответствии с прилагаемой инструкцией. Помещают 5 см^3 ГСО раствора состава марганца с концентрацией 1 мг/см^3 в мерную колбу вместимостью 50 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Концентрация основного градуировочного раствора равна 0,1 мг/см^3.

Срок хранения раствора 3 месяца при температуре 3-4 ^{0}С.

Рабочий градуировочный раствор с концентрацией 0,02 мг/см^3 готовят путем разбавления основного градуировочного раствора в 5 раз.

Раствор готовят в день проведения анализа.

7.2.2 Приготовление градуировочных растворов марганца из соли

При отсутствии ГСО градуировочные растворы можно приготовить из соли.

Помещают 0,2877 г марганцовокислого калия в стакан вместимостью 300 $см^3$, прибавляют 20 $см^3$ серной кислоты (1:4) и по каплям при перемешивании пероксид водорода до обесцвечивания раствора. Раствор выпаривают до начала кристаллизации. Остаток растворяют в 20-30 $см^3$ дистиллированной воды, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 $дм^3$, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Полученная массовая концентрация основного градуировочного раствора по марганцу равна 0,1 $мг/см^3$.

Раствор хранят в течение 3-х месяцев при температуре 3-4 ^{0}С.

Для получения рабочего градуировочного раствора марганца 10,0 $см^3$ основного градуировочного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой.

Полученная массовая концентрация рабочего градуировочного раствора марганца равна 0,02 $мг/см^3$. Раствор готовят в день проведения анализа.

7.2.3 Приготовление раствора серной кислоты (1:4)

Для приготовления раствора одну часть концентрированной серной кислоты (ρ=1,84 $г/см^3$) осторожно, при перемешивании приливают к четырем частям дистиллированной воды. Раствор готовят в термостойкой посуде.

7.2.4 Приготовление раствора соляной кислоты (1:1)

Для приготовления раствора смешивают равные количества концентрированной соляной кислоты (ρ=1,19 $г/см^3$) и дистиллированной воды.

7.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией ионов марганца от 0,02 до 0,2 мг в 50 $см^3$ раствора. Условия анализа, его проведение должны соответствовать п.п. 6 и 10.

Состав и количество образцов для градуировки приведены в таблице 3.

Таблица 3

Состав и количество образцов для градуировки

Номер образца	Аликвотная часть рабочего градуировочного раствора (С=0,02 мг/см^3), помещаемая в мерную колбу вместимостью 50 см^3, (см^3)	Масса ионов марганца в градуировочных растворах, мг/50 см^3
0	0	0
1	1	0,02
2	2	0,04
3	4	0,08
4	6	0,12
5	8	0,16
6	10	0,20

Анализ градуировочных образцов проводят в порядке возрастания их концентрации. Каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных. По результатам полученных измерений может быть рассчитано уравнение линейной зависимости по методу «наименьших квадратов». При построении градуировочного графика по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абцисс – массу ионов марганца в мг/50 см^3 пробы.

7.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в месяц или при смене реактивов. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$| X - C | \leq 1{,}96\sigma_{R_*},$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации ионов марганца в образце для градуировки;

C – аттестованное значение массовой концентрации ионов марганца в образце для градуировки;

$\sigma_{R_л}$ – среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности, установленное при реализации методики в лаборатории.

Примечание. Допустимо среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\sigma_{R_л} = 0{,}84\,\sigma_R$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Значения σ_R приведены в таблице 1.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины и повторяют контроль с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

8 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб и измерение параметров газопылевых потоков проводят в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50820-95 «Оборудование газоочистное и пылеулавливающее. Методы определения запыленности газопылевых потоков» и ПНД Ф 12.1.2-99 «Методические рекомендации при определении концентраций взвешенных частиц (пыли) в выбросах промышленных предприятий» при установившемся технологическом режиме работы обследуемого оборудования.

Место отбора выбирают на прямолинейных, предпочтительней вертикальных участках газохода, в которых крупные фракции пыли не оседают на стенках газохода под воздействием силы тяжести. Участок должен быть на достаточном удалении от задвижек, дросселей, диффузоров, колен и вентиляторов. К стенке газохода приваривается штуцер с отверстием по размеру пробоотборной (пылезаборной) трубки.

Отбор проб осуществляется при фиксированном расходе газа, обеспечивающем условия изокинетичности во входном сечении пылезаборного устройства.

При определении запыленности газа методом внешней фильтрации в качестве пылеуловителя применяют патрон с гильзой из фильтровальной бумаги, с тканевым фильтром или фильтр типа АФА. Для предотвращения конденсации влаги патрон снабжают теплоизоляцией.

При определении запыленности газов с высоким исходным содержанием влаги (температура точки росы более 200°С) применяют метод внутренней фильтрации.

Необходимый объемный расход ($V_г$, дм^3/мин) газа при отборе из газохода с соблюдением правила изокинетического отбора определяют по формуле:

$$V_г = \frac{3{,}14 \cdot d \cdot 10^{-4} \cdot W_г \cdot 10 \cdot 60}{4} = 4{,}71 \cdot 10^{-2} \cdot d^2 \cdot W_г , \qquad (1)$$

где d – диаметр сменного наконечника (от 3 до 10 мм);

$W_г$ – скорость газа в газоходе, м/с.

После прохождения газа через всю пробоотборную систему его объем ($V_р$ дм^3/мин) изменяется за счёт изменения температуры и сопротивления у ротаметра. Объемный расход газа, проходящий через ротаметр, рассчитывают по формуле:

$$V_р = \frac{V_г \cdot (273 + t_р) \cdot (P \pm \Delta P_г)}{(273 + t_г) \cdot (P - \Delta P_р)} , \qquad (2)$$

где $t_р$ – температура газа у ротаметра, °С;

Р – атмосферное давление, кПа;

$\Delta P_т$ – избыточное давление (+), разрежение (-) в газоходе, кПа;

$t_г$ – температура газа в газоходе, °С;

$\Delta P_р$ – разрежение у ротаметра, кПа.

Продолжительность отбора пробы устанавливают в зависимости от запыленности газа, производительности аспирационного устройства и типа пылеуловителя.

После удаления фильтров пробоотборную трубку прочищают тонкой проволокой с узелком на конце. Пыль, вычищенную из трубки, необходимо собрать и взвесить, чтобы в дальнейшем ввести поправку при расчете запыленности. Вынутый из патрона бумажный фильтр с пылью закрывают так, чтобы пыль из него не могла высыпаться. Перед взвешиванием фильтр выдерживают в эксикаторе не менее 2-3 часов.

9 ПОДГОТОВКА ПРОБ К АНАЛИЗУ

Фильтры озоляют в тигле, отбирают навеску пыли массой 0,2 – 0,5 г и разлагают одним из следующих способов.

Способ 1. Пробу помещают в стакан вместимостью 100-150 см^3, прибавляют 10-15 см^3 соляной кислоты (1:1), 5 см^3 концентрированной азотной кислоты и растворяют при нагревании. После растворения прибавляют 20 см^3 серной кислоты (1:4) и выпаривают до начала выделения паров серной кислоты.

После охлаждения прибавляют 50 см^3 дистиллированной воды, растворяют соли при нагревании и отфильтровывают осадок через фильтр «белая лента» диаметром 9 см, промывая его горячей водой. Фильтрат собирают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Способ 2. Пробу помещают в платиновую чашку, смачивают водой, прибавляют 1-3 см^3 серной кислоты (1:4), 5-7 см^3 фтористоводородной кислоты и выпаривают до выделения паров серной кислоты. К остатку прибавляют 50-60 см^3 дистиллированной воды, 7-8 см^3 серной кислоты (1:4) и

нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Аликвоту раствора 5 – 25 см^3 помещают в стакан вместимостью 100 - 150 см^3, разбавляют до 30 см^3 дистиллированной водой, прибавляют 10 см^3 ортофосфорной кислоты, 10 см^3 азотной кислоты, 0,3-0,4 г периодата калия, доводят до кипения и продолжают нагревание при температуре 60-90°С в течение 15-20 мин. Охлаждают, переносят в мерную колбу на 50 см^3, и доводят до метки дистиллированной водой.

Оптическую плотность измеряют при длине волны 530-550 нм в кювете с толщиной оптического слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор холостой пробы, проведенный через весь ход анализа.

11 ОБРАБОТКА (ВЫЧИСЛЕНИЕ) РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Объем отобранной пробы газа ($V_г$, дм^3) вычисляют по формуле:

$$V_г = V_р \cdot \tau \ , \qquad (3)$$

где $V_р$ – объемный расход газа, проходящий через ротаметр, дм^3/мин;

τ – время отбора пробы, мин.

Объем отобранной пробы газа, приведенный к нормальным условиям (V_0, дм^3) приводят по формуле:

$$V_0 = \frac{273 \cdot V_г (P \pm \Delta P_р)}{101{,}3 \cdot (273 + t)}, \qquad (4)$$

где P – атмосферное давление, кПа;

$\Delta P_р$ – разрежение (-), избыточное давление (+) перед аспиратором, кПа;

t – температура газовой пробы перед аспиратором, °С.

11.2 Концентрацию пыли (В, г/м^3) в газовом потоке при нормальных условиях определяют по формуле:

$$B=\frac{(m_1 \pm a+b)}{V_0}\cdot 1000, \qquad (5)$$

где m_1 – увеличение массы фильтра, г;

a – изменение массы пустого (контрольного) фильтра, при повторном взвешивании, г;

V_0 – объем отобранного газа, приведенный к нормальным условиям, дм^3;

b – количество пыли, осевшей в пробоотборной трубке, г.

11.3 Массовую долю марганца в пыли (Х, %) вычисляют по формуле:

$$X=\frac{y\cdot V\cdot 100}{m\cdot V_1}, \qquad (6)$$

где y – масса марганца, найденная по градуировочному графику, г;

V – общий объем раствора, см^3;

V_1 – аликвота раствора, см^3;

m – масса навески, г.

За результат анализа $X_{ср}$ принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений аликвоты поглотительного раствора X_1 и X_2

$$X_{ср}=\frac{X_1+X_2}{2},$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1-X_2|\le r\cdot(X_1+X_2)/200, \qquad (7)$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 4.

Таблица 4

Значения предела повторяемости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
от 0,02 до 0,2 вкл.	17

При невыполнении условия (7) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 5.

Таблица 5

Значения предела воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,02 до 2 вкл.	22

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат анализа $X_{ср}$ в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X_{ср} \pm \Delta$, P=0,95,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X_{ср}$. Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X_{ср} \pm \Delta_л$, P=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$, где

$X_{ср}$ – результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

Примечание. При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

– количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;

– способ определения результата анализа (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

13. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

– оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

– контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = | C_{ср} - C | \qquad (8)$$

где $C_{ср}$ – результат анализа массовой концентрации ионов марганца в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (7) раздела 11.3;

C – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_л,$$

где $\pm \Delta_л$ - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0{,}84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \leq K \qquad (10)$$

При невыполнении условия (10) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (10) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» - ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР		«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY» - STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE	
620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4, лаб. 224	Факс: (3432) 502-117 Телефон: (3432) 502-295 E-mail: puneva@uniim.ru	Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia	Fax: (3432) 502-117 Phone: (3432) 502-295 E-mail: puneva@uniim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.02.03.047 / 2004
CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика *«Определение содержания пыли в промышленных выбросах. Определение массовой доли марганца в пыли фотометрическим методом»*,

разработанная *ФГУ «Центр экологического контроля и анализа» МПР России (г. Москва),*

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам *метрологической экспертизы материалов по разработке методики выполнения измерений.*

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1. Значения показателя точности при определении содержания пыли в промышленных выбросах при вероятности P=0.95

Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, %
25

2. Диапазон измерений, значения показателей точности, воспроизводимости и повторяемости при определении массовой доли марганца в пыли

Диапазон измерений, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности для вероятности P=0.95), ±δ, %
от 0.02 до 2 вкл.	6	8	16

3. Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при определении массовой доли марганца в пыли (для доверительной вероятности P=0.95)

Диапазон измерений, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0.02 до 2 вкл.	17	22

4. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений массовой доли марганца в пыли (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений массовой доли марганца в пыли (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов измерений ... пируют в Руководстве по качеству лаборатории.

5. Дата выдачи свидетельства 02.02.2004

gost.e-ecolog.ru

Зам. директора по научной работе ... ровинский