МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды

(Росгидромет)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД 52.04.795–2014

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ СЕРОВОДОРОДА В ПРОБАХ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА. Методика измерений фотометрическим методом по реакции образования метиленовой синей

Санкт-Петербург
2015

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды

(Росгидромет)

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

РД 52.04.795–2014

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ СЕРОВОДОРОДА В ПРОБАХ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА. Методика измерений фотометрическим методом по реакции образования метиленовой синей

Санкт-Петербург
2015

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Федеральным государственным бюджетным учреждением «Главная геофизическая обсерватория им. А.И.Воейкова» (ФГБУ «ГГО»)

2 РАЗРАБОТЧИКИ Н.Ш. Вольберг (руководитель разработки), А.А. Павленко

3 СОГЛАСОВАН:

с Управлением мониторинга загрязнения окружающей среды, полярных и морских работ (УМЗА) Росгидромета 09.06.2014;

с Федеральным государственным бюджетным учреждением «Научно-производственное объединение «Тайфун» (ФГБУ «НПО «Тайфун») 23.05.2014

4 УТВЕРЖДЕН Заместителем Руководителя Росгидромета 10.06.2014

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ с 1 июля 2015 г. приказом Росгидромета от 04.09.2014 № 493

5 АТТЕСТОВАН ФГБУ «НПО «Тайфун». Свидетельство об аттестации методики (метода) измерений № 18.16.795/01.00305-2011/2014

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ФГБУ «НПО «Тайфун» от 25.06.2014 за номером РД 52.04.795-2014

7 ВЗАМЕН РД 52.04.186–89 «Руководство по контролю загрязнения атмосферы». Часть 1 «Загрязнение атмосферы в городах и других населенных пунктах», раздел 5 «Лабораторный анализ атмосферного воздуха для определения уровня загрязнения», подраздел 5.2 «Методики определения массовой концентрации неорганических веществ», пункт 5.2.7.3 «Сероводород: отбор проб на пленочный сорбент»

Содержание

1 Область применения ... 1
2 Нормативные ссылки ... 1
3 Термины, определения и сокращения ... 3
4 Требования к показателям точности измерений ... 4
5 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам и материалам ... 5
6 Метод измерения ... 8
7 Требования безопасности, охраны окружающей среды ... 8
8 Требования к квалификации операторов ... 9
9 Требования к условиям измерений ... 10
10 Подготовка к выполнению измерений ... 10
10.1 Приготовление растворов и сорбентов ... 10
10.2 Подготовка сорбционных трубок к работе ... 12
10.3 Подготовка сорбционных трубок к отбору проб ... 13
10.4 Подготовка электроаспиратора к отбору проб ... 13
10.5 Установление градуировочной характеристики ... 14
10.6 Построение градуировочного графика ... 16
10.7 Отбор проб ... 17
11 Порядок выполнения измерений ... 18
12 Обработка результатов измерений ... 19
13 Оформление результатов измерений ... 20
14 Контроль точности результатов измерений ... 21

14.1 Требования к контролю качества 20

14.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики 22

14.3 Оперативный контроль повторяемости результатов измерений концентрации сероводорода в растворе 22

14.4 Оперативный контроль повторяемости и точности результатов измерений массовой концентрации сероводорода в газовых смесях 23

Приложение А (обязательное) Нормативы для проведения внутреннего контроля 25

Приложение Б (рекомендуемое) Контрольные карты Шухарта 27

Библиография 31

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МАССОВАЯ КОНЦЕНТРАЦИЯ СЕРОВОДОРОДА В ПРОБАХ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА. Методика измерений фотометрическим методом по реакции образования метиленовой синей

Дата введения – 2015-07-01

1 Область применения

1.1 Настоящий руководящий документ устанавливает методику измерений (далее – методика) массовой концентрации сероводорода H_2S фотометрическим методом по реакции образования метиленовой синей в атмосферном воздухе при проведении разовых отборов. Диапазон измерений массовой концентрации сероводорода от 0,006 до 0,1 мг/м^3 при объеме пробы воздуха 80 дм^3.

1.2 Настоящая методика предназначена для выполнения измерений при мониторинге загрязнения атмосферного воздуха.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящем руководящем документе использованы нормативные ссылки на следующие нормативные документы:

ГОСТ 12.0.004-90 Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения

ГОСТ 12.1.004-91 Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования

ГОСТ 12.1.005-88 Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны

ГОСТ 12.1.007-76 Система стандартов безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности

ГОСТ Р 12.1.019-2009 Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

ГОСТ 12.4.009-83 Система стандартов безопасности труда. Пожарная техника для защиты безопасности объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание

ГОСТ 17.2.3.01-86 Охрана природы. Атмосфера. Правила контроля качества воздуха населенных пунктов

ГОСТ 17.2.4.02-81 Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ

ГОСТ Р ИСО 5725-2-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 2. Основной метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерений

ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике

РМГ 76-2004 Государственная система измерения. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа

ГН 2.1.6.1338-03 Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест

Примечание – Ссылки на остальные нормативные документы приведены в разделе 5.

3 Термины, определения и сокращения

3.1 В настоящем руководящем документе применены следующие термины с соответствующими определениями:

3.1.1 **разовая концентрация**: Концентрация примеси в атмосфере, определяемая в пробе, отобранной в течение времени от 20 до 30 мин.

3.1.2 **среднесуточная концентрация**: Концентрация примеси в атмосфере, определяемая по среднесуточной пробе.

3.1.3 **среднемесячная концентрация**: Концентрация примеси, определяемая как среднее арифметическое значение всех разовых или среднесуточных концентраций, полученных в течение месяца.

3.1.4 **среднегодовая концентрация:** Концентрация примеси, определяемая как среднее арифметическое значение разовых или среднесуточных концентраций, полученных в течение года.

3.2 В настоящем руководящем документе введены и применены следующие сокращения:

ГСО - государственный стандартный образец;

ДФД - N,N-диметил-п-фенилендиамин дигидрохлорид;

ПДК - предельно допустимые концентрации;

ТБ - техника безопасности;

х.ч. - химически чистый;

ч. - чистый;

ч.д.а. - чистый для анализа.

4 Требования к показателям точности измерений

4.1 Нормативные требования к методам определения загрязняющих веществ в атмосферном воздухе установлены в ГОСТ 17.2.4.02. Погрешность метода в соответствии с ГОСТ 17.2.4.02 не должна превышать 25 % во всем диапазоне измеряемых концентраций и обеспечивать измерение с указанной погрешностью концентрации загрязняющего вещества в пределах величин от 0,8 до 10 ПДК.

В соответствии с ГОСТ 17.2.3.01, установлены четыре программы на стационарных постах: полная, неполная, сокращенная, суточная.

Настоящая методика измерений предназначена для получения информации по полной программе наблюдений о разовых и среднесуточных концентрациях сероводорода.

4.2 В соответствии с ГН 2.1.6.1338 максимальная разовая предельно допустимая концентрация сероводорода составляет 0,008 мг/м^3.

4.3 Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений с погрешностями, не превышающими значений, приведенных в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения показателей качества (количественная оценка) повторяемости, воспроизводимости, точности методики измерений сероводорода

Диапазон измерений, мг/м^3	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение результатов единичного анализа полученных по методике в условиях повторяемости) σ_r, %	Предел повторяемости для двух результатов параллельных определений r, %	Показатель воспроизводимости (среднее квадратическое отклонение результатов единичного анализа полученных по методике в условиях воспроизводимости) σ_R, %	Предел воспроизводимости для двух результатов параллельных определений R, %	Показатель точности (границы, в которых погрешность результатов измерений, полученных по методике, находится с принятой вероятностью P= 0,95) ± δ, %
От 0,006 до 0,1	5	14	12	34	25

5 Требования к средствам измерений, вспомогательным устройствам, реактивам и материалам

5.1 При проведении отбора и анализа проб применяют средства измерений, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование средств измерения	Обозначение документа	Метрологические характеристики
Фотоэлектроколориметр	ТУ 3-3.2164-89	Предел погрешности по коэффициенту пропускания ± 1 % при длине волны 680 нм
Весы высокого (II) класса точности	ГОСТ Р 53228-2008	Наибольший предел взвешивания 220 г дискретностью 0,1 мг
Весы среднего (III) класса точности	ГОСТ Р 53228-2008	Наибольший предел взвешивания 510 г дискретностью 0,01 г
Секундомер механический	ТУ 25-1894.003-90	СО $С_{пр}$-2б-010

Окончание таблицы 2

Наименование средств измерения	Обозначение документа	Метрологические характеристики
Барометр анероид М-67	ТУ 2504-1797-75	От 610 до 790 мм рт. ст.
Термометр лабораторный шкальный тип ТЛ-2	ТУ 25-2021.003-88	Цена деления 1°С, пределы от 0 °С до 55 °С
Электроаспиратор модель УОПВ 4- 40 или модель ОП-412ТЦ	ТУ 4213-004,733327-21-2005 производитель ЗАО «Оптэк»	Предел основной относительной погрешности объема отобранной пробы ± 5 %
Электронный таймер	-	Должен обеспечивать автоматическое включение и отключение аспиратора через заданные промежутки времени, дискретность включений – не менее двенадцати раз в 1 сут, погрешность установки времени срабатывания таймера не больше ± 1 мин, общий период работы таймера не менее 24 час, период единичного включения (20 ± 1) мин
Счетчик газа диафрагменный тип ВКG (1,6)	Государственный 0-01	Пределы допускаемой погрешности ± 3 %
Государственный стандартный образец (ГСО) состава водного раствора сульфид-ионов с массовой концентрацией 1 г/дм^3.	ГСО 7970-2001	Пределы допускаемой погрешности при P = 0,95 ± 1 %
Колбы мерные исполнения 2, 2-го класса точности	ГОСТ 1770–74	Вместимость 100 см^3 – 3 шт., вместимость 50 см^3 - 9 шт., вместимость 1000 см^3 – 1 шт.
Пипетки градуированные исполнения 1, 2-го класса точности	ГОСТ 29227-91	Вместимость 1 см^3 - 4 шт. вместимость 2 см^3 – 2 шт.
Пипетки градуированные исполнения 1, 2-го класса точности	ГОСТ 29227-91	Вместимость 5 см^3 –2 шт., вместимость 10 см^3 – 2 шт.
Цилиндры исполнения 1	ГОСТ 1770-74	Вместимость 100 см^3 – 1 шт., вместимость 250 см^3 – 1 шт.
Пробирки П-1-16-150-ХС	ГОСТ 25336-88	Диаметр 16 мм, высота 150 мм
Примечание – Допускается применение средств измерения другого типа, обеспечивающих необходимую точность измерений.		

5.2 При выполнении измерений применяют вспомогательные устройства, указанные в таблице 3.

Таблица 3

Наименование вспомогательного устройства	Обозначение документа	Характеристика вспомогательного устройства
Трубка сорбционная	ТУ 25-1110.039-82	СТ 212
Воронка Бюхнера №1 или №2	ГОСТ 9147-80	-
Колба с тубусом (Бунзена) исполнения2	ГОСТ 25336-82	Для фильтрования под вакуумом 2-1000-45/40 ТС вместимость 1 $дм^3$
Фильтры бумажные, обеззоленные	ТУ 6-09-1678-86	-
Заглушки	-	Отрезки полихлорвиниловой трубки длиной 30 мм, внутренним диаметром 12 мм, закрытые с одной стороны стеклянной или пластиковой пробкой.

5.3 При выполнении измерений используют реактивы, указанные в таблице 4.

Таблица 4

Наименование реактива	Обозначение документа	Квалификация
Вода дистиллированная		-
N,N-диметил-п-фенилендиамин дигидрохлорид (ДФД)	ТУ 6-09-1903-77	ч.д.а
Железо (III) хлорид 6-водный (хлорное железо)	ГОСТ 4147-74	х.ч.
Кадмий уксуснокислый или кадмий сернокислый (сульфат кадмия)	ГОСТ 5824-79 ГОСТ 4456-75	ч.д.а. х.ч.
Калий цитрат, 1- водный	ТУ 6-09-5046-82	ч.
Натрия гидроокись	ГОСТ 4328-77	х.ч.
Кислота соляная	ГОСТ 3118-77	х.ч.
Триэтаноламин	ТУ 6-09-10-643-76	ч.
Кислота серная	ГОСТ 4204-77	х.ч.
Активированный уголь древесный, осветляющий	ГОСТ 4453-74	-

6 Метод измерений

Метод измерений по [1] и [2] основан на поглощении сероводорода из воздуха тонкой пленкой суспензии гидроксида кадмия в растворе триэтаноламина, нанесенной на стеклянные гранулы. Получившийся сульфид кадмия при взаимодействии с N,N-диметил-п-фенилендиамином и хлорным железом образует метиленовую синюю, по интенсивности окраски которой определяют содержание сероводорода.

7 Требования безопасности, охраны окружающей среды

7.1 При выполнении измерений массовой концентрации сероводорода в атмосферном воздухе необходимо соблюдать правила по технике безопасности (ТБ) на сети наблюдений Росгидромета [3]. а также требования:

- ТБ при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007;
- электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019.

7.2 Помещение должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и быть обеспечено средствами пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

7.3 Массовая концентрация вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должна превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005 или иным нормативным документам Роспотребнадзора, содержащих гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

7.4 Организацию обучения работников безопасности труда осуществлять по ГОСТ 12.0.004.

7.5 Наиболее токсичными из используемых в настоящей методике реактивов являются сероводород и соединения кадмия. Поэтому все работы с ними необходимо проводить в резиновых перчатках и в вытяжном шкафу.

8 Требования к квалификации операторов

8.1 Проведение отбора проб и определение массовой концентрации сероводорода может производить инженер или лаборант, имеющий опыт работ по отбору или анализу проб атмосферного воздуха.

8.2 Оператор, занимающийся отбором проб, должен уметь правильно подсоединить поглотительное устройство (сорбционную трубку или систему сорбционных трубок согласно настоящей методике) к электроаспиратору, установить показания ротаметра на требующейся величине расхода воздуха и снять показания счетчика в начале и в конце отбора.

8.3 Оператор, проводящий анализ отобранных проб, должен установить градуировочную характеристику и выполнить измерения в трех пробах растворов с заданными массовыми концентрациями.

8.4 Если полученные результаты будут соответствовать нормативам, приведенным в разделе 14, то оператор может быть допущен к проведению анализа.

9 Требования к условиям измерений

9.1 При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха.....от 15 ^{0}С до 30 ^{0}С;
- атмосферное давление .....от 840 до 1067 гПа;

(от 630 до 800 мм рт. ст.);

- относительная влажность воздуха .....не более 80 % при 25 ^{0}С.

9.2 Отбор анализируемого воздуха осуществляется при следующих его параметрах в помещении поста наблюдения:

- температура воздуха..... .....от 5 ^{0}С до 40 ^{0}С;
- атмосферное давление.....от 840 до 1067 гПа;

(от 630 до 800 мм рт. ст.);

- относительная влажность воздуха .....не более 90 %.

9.3 Отбор проб в полевых условиях возможен при температуре воздуха от 0 ^{0}С до 40 ^{0}С.

9.4 Электропитание при выполнении измерений в лаборатории и проведении отбора проб - частота 50 Гц, напряжение (220 ± 10) В.

10 Подготовка к выполнению измерений

10.1 Приготовление растворов и сорбентов

10.1.1 Для приготовления 20 %-ного раствора триэтаноламина необходимо к 20 г триэтаноламина добавить 80 см^3 дистиллированной воды и перемешать. Если триэтаноламин имеет окраску (от желтой до темно-коричневой), то его очищают согласно примечанию. В случае необходимости операцию очистки повторяют.

Примечание - Для очистки триэтаноламина 200 г его разводят в мерном стакане дистиллированной водой до 1 $дм^3$, добавляют 12 г активированного угля (древесный осветляющий), тщательно перемешивают и оставляют на 2 ч. После этого раствор фильтруют на воронке Бюхнера с водоструйным насосом или обычным способом через фильтр «синяя лента». Фильтрат (бесцветный или со слабо желтым оттенком) используют для приготовления поглотительного раствора.

10.1.2 Раствор для стабилизации сульфид-ионов готовят следующим образом:

- 5 г ацетата кадмия или 4,8 г сульфата кадмия и 1 г цитрата калия растворяют в мерной колбе вместимостью 1 $дм^3$ в 500 $см^3$ дистиллированной воды;

- добавляют 80 г триэтаноламина (или 400 $см^3$ его 20 %-ного раствора) и доводят дистиллированной водой до метки. Срок хранения 3 мес.

10.1.3 Раствор для пропитки сорбционных трубок готовят путём растворения 10 г сульфата кадмия в 100 $см^3$ 20 %-ного раствора триэтаноламина. К полученному раствору добавляют 3,8 $см^3$ 50 %-ного раствора гидроксида натрия и тщательно перемешивают.

Полученную мелкодисперсную суспензию гидроокиси кадмия применяют для пропитки сорбционных трубок. Она может быть использована в течение месяца. В случае расслоения суспензию перед употреблением перемешивают до образования однородной системы.

10.1.4 Раствор хлорного железа готовят путем растворения 50 г хлорного железа в 10-20 $см^3$ дистиллированной воды, после чего объем раствора доводят до 50 $см^3$ дистиллированной водой. Раствор устойчив.

10.1.5 Серная кислота, раствор 1:1 готовят следующим образом: к 100 $см^3$ дистиллированной воды медленно, небольшими порциями, при перемешивании приливают 100 $см^3$ концентрированной серной кислоты. Срок хранения не ограничен.

10.1.6 Раствор ДФД готовят путем растворения 100 мг ДФД в 100 $см^3$ раствора серной кислоты (1:1) по п. 10.1.5. Раствор устойчив при хранении в холодильнике не более 6 мес.

10.1.7 Для приготовления 50 %-ного раствора гидроксида натрия необходимо 50 г этого вещества растворить при перемешивании в 50 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор готовят в термостойкой посуде, соблюдая *предосторожности, необходимые при работе с крепкими растворами* щелочей, используют для приготовления раствора для пропитки сорбционных трубок.

10.1.8 Градуировочный раствор сульфид-ионов с массовой концентрацией 5 $мкг/см^3$ готовят следующим образом:

- в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ наливают 70-80 $см^3$ раствора по 10.1.2;

- приливают по каплям при интенсивном перемешивании 0,5 $см^3$ ГСО состава водного раствора сульфид-ионов с массовой концентрацией 1 $г/дм^3$;

- объём раствора доводят до метки раствором по 10.1.2.

Раствор готовят перед применением.

10.2 Подготовка сорбционных трубок к работе

Новые сорбционные трубки помещают в высокий стакан, заливают раствором соляной кислоты 1:10 так, чтобы они были полностью погружены в раствор, и кипятят от 10 до 15 мин. Затем кислоту удаляют, сорбционные трубки заливают дистиллированной водой и кипятят, меняя воду два-три раза. После этого сорбционные трубки еще два-три раза промывают дистиллированной водой при помощи резиновой груши и сушат при температуре от 110 ^0C до 200 ^0C. После каждого анализа сорбционные трубки тщательно промывают горячей дистиллированной водой.

10.3 Подготовка сорбционных трубок к отбору проб

В чистую сухую сорбционную трубку со стороны сорбента заливают 0,2 $см^3$ раствора для пропитки сорбционных трубок. При помощи резиновой груши раствор осторожно перемещают по слою гранул, добиваясь их равномерного смачивания. Избыток раствора выдувают. Затем сорбционные трубки тщательно обтирают снаружи фильтровальной бумагой, сразу же закрывают заглушками из полихлорвиниловой трубки и упаковывают в полиэтиленовые пакеты. Хранить в защищенном от света месте не более недели. Одновременно с сорбционными трубками, предназначенными для отбора проб, также готовят сорбционные трубки, используемые в качестве нулевых проб. На посту наблюдений и в лаборатории все подготовленные сорбционные трубки хранят в одинаковых условиях.

10.4 Подготовка электроаспиратора к отбору проб

10.4.1 Если для отбора проб используют не электроаспиратор УОПВ 4-40 со встроенным газовым счетчиком, а электроаспиратор другой модели, например ОП-412 ТЦ, подготовка его к отбору заключается в проверке показаний ротаметра по газовому счетчику. При помощи газового счетчика определяют действительное значение величины расхода воздуха при установлении по ротаметру расхода точно 4,0 $дм^3$/мин. Для этого ко входу ротаметра электроаспиратора с диапазоном измерений от 0,2 до 5 $дм^3$/мин присоединяют обычно используемые при отборе проб сорбционные трубки, обработанные раствором по 10.1.3. Ко входу системы присоединяют газовый счетчик, включают электроаспиратор, устанавливают по ротаметру расход 4 $дм^3$/ мин и пропускают воздух в течение 20 мин. Фиксируют начальные и конечные показания счетчика и рассчитывают

действительный расход воздуха. Полученное значение расхода используют при расчетах объема отобранной пробы. Далее периодически контролируют счетчиком действительную величину расхода воздуха при установленном по ротаметру расходе 4 дм^3/мин. Разница между объемом, измеренным счетчиком и при помощи ротаметра, не должна превышать 4800 см^3 (6 %). Уточненная величина расхода воздуха должна быть указана на этикетке, прикрепленной к проверенному каналу электроаспиратора.

10.4.2 Рекомендуемая частота проверки при постоянной работе – один раз в месяц.

10.5 Установление градуировочной характеристики

10.5.1 Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности от массы сульфид-ионов в 5 см^3 пробы, устанавливают по растворам для градуировки, приготовленным в пяти сериях.

10.5.2 Каждую серию, состоящую из семи растворов, готовят в мерных колбах вместимостью 50 см^3, для чего в каждую колбу приливают 2 см^3 раствора для пропитки сорбционных трубок по 10.1.3, 20 см^3 дистиллированной воды, градуировочного раствора сульфид-ионов по 10.1.8 согласно таблице 5, далее добавляют 10 см^3 раствора ДФД по 10.1.6, 0,4 см^3 раствора хлорида железа по 10.1.4 и доводят до метки дистиллированной водой. Одновременно готовят нулевой раствор, содержащий все реактивы, кроме определяемого вещества. Тщательно перемешивают и через 30 мин измеряют оптические плотности растворов по отношению к дистиллированной воде.

Таблица 5 - Растворы для установления градуировочной характеристики при определении массовой концентрации сульфид-ионов

Номер раствора	Объем градуировочного раствора сульфид-ионов с массовой концентрацией 5 мкг/см^3, см^3,*	Соответствует массе сульфид-ионов в 5см^3 раствора для градуировки, мкг
0	0	0
1	0,5	0,25
2	1,0	0,5
3	2,0	1,0
4	4,0	2,0
5	8,0	4,0
6	12,0	6,0
7	16,0	8,0
* Раствор приготовлен по 10.1.8.		

10.5.3 Измерения проводят в кюветах с расстоянием между гранями 10 мм при длине волны 670 нм, соответствующей максимуму светопоглощения образующегося окрашенного соединения. Аналогично поводят измерение оптической плотности пяти параллельно приготовленных нулевых растворов. Среднее значение величины оптической плотности последних не должно быть более 0,04. При построении градуировочной характеристики используют величины, определяемые как разность величин оптической плотности раствора для градуировки и нулевого раствора. Пример записи результатов приводится в таблице 6.

Таблица 6 – Результаты измерений оптической плотности растворов для градуировки

Номер раствора для градуировки (i)	Соответствует массе сульфид-иона в 5 см^3 раствора для градуировки, мкг	Оптическая плотность растворов для градуировки					
		единичное измерение (l = 1,...,5)					среднее значение
		1	2	3	4	5	$\overline{D}$
0	0	$D_{0,1}$	...	...	...	$D_{0,5}$	$\overline{D}_0$
1	0,25	$D_{1,1}$	...	...	...	$D_{1,5}$	$\overline{D}_1$
2	0,5	$D_{2,1}$	...	...	...	$D_{2,5}$	...
3	1,0	$D_{3,1}$	...	...	...	$D_{3,5}$	...
4	2,0	$D_{4,1}$	...	...	...	$D_{4,5}$	...
5	4,0	$D_{5,1}$	...	...	...	$D_{5,5}$	...
6	6,0	$D_{6,1}$	...	...	...	$D_{6,5}$	...
7	8,0	$D_{7,1}$	...	...	...	$D_{7,1}$	$\overline{D}_7$

10.5.4 Далее проводят оценку приемлемости полученных результатов для построения градуировочной характеристики.

Результаты измерений оптической плотности каждого из растворов признают приемлемыми, если они удовлетворяют условию

$$\frac{D_{i,max} - D_{i,min}}{\overline{D_i}} \cdot 100 \le r_n^*, \quad (1)$$

где $D_{i,max}$ и $D_{i,min}$ – соответственно максимальное и минимальное значение оптической плотности i-го раствора;

$\overline{D_i}$ – среднее значение оптической плотности i-го раствора;

r_n^* – предел повторяемости (соответствует вероятности P = 0,95), %. Для числа измерений n = 5 норматив r_5^*= 16 % (см. приложение А).

10.6 Построение градуировочного графика

10.6.1 В качестве аналитического сигнала Y при построении градуировочного графика используют величины, определяемые как разность средних значений оптической плотности растворов для градуировки и нулевого раствора

$$Y_i = \bar{D}_i - \bar{D}_0, \quad (2)$$

где $\bar{D}_i$ – среднее значение оптической плотности i-го раствора для градуировки;

$\bar{D}_0$ – среднее значение оптической плотности нулевого раствора.

10.6.2 При построении градуировочной характеристики в виде графика задают следующий масштаб:

- 3,0 см по оси абсцисс X соответствует массе m, равной 1 мкг сульфид-ионов в 5 см^3 раствора;

- 1 см по оси ординат Y соответствует 0,05 единиц оптической плотности.

Примечание - Вместо градуировочного графика можно использовать коэффициент, рассчитанный по методу наименьших квадратов.

10.6.3 Проверку приемлемости градуировочной характеристики проводят по исходным данным, которые использовались для её построения. Для этого используют максимальные значения аналитических сигналов всех растворов, применявшихся для её построения (см. таблицу 5) с максимальным отклонением (по модулю) от среднего значения.

По их величине и по градуировочной характеристике определяют массу сульфид-ионов в 5 см^3 раствора m_i, мкг.

10.6.4 Установленную градуировочную характеристику признают приемлемой при выполнении условия

$$\frac{|m_i^* - m_i|}{m_i} \cdot 100 \le K^*, \qquad (3)$$

где m_i^* – значение массы сульфид-ионов в 5 см^3 i–го раствора для градуировки, найденное по градуировочной характеристике для соответствующего аналитического сигнала D_i, мкг;

m_i – значение массы сульфид-иона в 5 см^3 i–го раствора для градуировки, приписанное этому раствору при его приготовлении, мкг (см. таблицу 5);

$K^* = \delta^*$ – норматив приемлемости градуировочной характеристки, равный 23 % (см. приложение А).

Если условие не выполняется, необходимо установить новую градуировочную характеристику по 10.5, проверив предварительно качество реактивов и правильность приготовления растворов для градуировки.

10.7 Отбор проб

10.7.1 Для определения разовой массовой концентрации сероводорода исследуемый воздух протягивают через сорбционную трубку, обработанную раствором для пропитки, с расходом 4 $дм^3$/мин в течение 20 мин. При отборе сорбционная трубка должна быть укреплена в вертикальном положении слоем сорбента вниз и защищена от света экраном из черной бумаги или фольги. Отобранные пробы, защищенные от света, в герметичной упаковке могут сохраняться от 2 до 3 дней.

10.7.2 Для измерения объема отобранной пробы используется газовый счетчик, установленный в системе отбора между сорбционной трубкой и электроаспиратором.

11 Порядок выполнения измерений

Для определения массы сульфид-ионов в отобранных пробах производят следующие операции:

- помещают сорбционную трубку с пробой в пробирку, содержащую 4 $см^3$дистиллированной воды, 1 $см^3$ раствора ДФД и 1 каплю раствора хлорного железа;

- путем нескольких прокачиваний при помощи резиновой груши переводят пробу в раствор, оставляют на 30 мин до полного развития окраски. После этого сорбционную трубку вынимают, выдувая остатки раствора в пробирку;

- одновременно готовят три нулевые пробы, для чего сорбционные трубки, обработанные пропитывающим раствором (из партии сорбционных трубок подготовленных к отбору), анализируют аналогично пробам.

11.2 Массу сульфид-ионов в пробе находят по градуировочной характеристике по разности измерений оптической плотности раствора пробы и среднего значения трех нулевых проб. Измерения проводят в кюветах с расстоянием между гранями 10 мм и длине волны 670 нм.

12 Обработка результатов измерений

12.1 Объем взятой на анализ пробы воздуха приводят к нормальным условиям V_0, дм^3, по формуле

$$V_o = \frac{V_t \cdot 273 \cdot P_i}{(273+t) \cdot P_o}, \qquad (4)$$

где V_0 – объем отобранной пробы воздуха, приведенной к нормальным условиям (0 ^{0}С и 760 мм рт. ст. или 1013 гПа);

V_t – объем взятого на анализ воздуха при температуре t и давлении P_i в месте отбора пробы, дм^3;

P_i – атмосферное давление в месте отбора, мм рт. ст. (гПа);

t – температура воздуха, аспирированного через ротаметр, ^{0}С;

P_o – атмосферное давление при нормальных условиях (760 мм рт. ст. или 1013 гПа).

Примечание - 1 мм рт. ст. = 1,33 гПа.

12.2 Массовую концентрацию сероводорода в исследуемом объеме воздуха С, мг/м^3, находят по формуле

$$C = \frac{m \times K^*}{V_o}, \qquad \text{мкг/дм}^3 \qquad (5)$$

где m – масса сульфид-ионов в анализируемом объеме раствора пробы, найденная по градуировочному графику, мкг;

K^* – коэффициент для пересчета массы сульфид-ионов на массу сероводорода, равный 1,06;

V_0 – объем воздуха, взятого на анализ, приведенный к нормальным условиям, $дм^3$.

Примечание – Концентрация, выраженная в единицах величины $мкг/дм^3$, численно равна концентрации, выраженной в единицах величины $мг/м^3$.

13 Оформление результатов измерений

13.1. Результаты анализа представляют в виде

$$C_{H_2S} \pm 0{,}01 \cdot \delta \cdot C_{H_2S}, \quad мг/м^3 \quad при \quad P = 0{,}95, \qquad (6)$$

где C_{H_2S} – измеренная массовая концентрация определяемого вещества в воздухе, $мг/м^3$;

δ - границы относительной погрешности (см. таблицу 1)

13.2 Численное значение результата измерений округляется до того же разряда, что и значение характеристики погрешности, которая приводится со знаком «±» после результата измерения.

Пример

$$C_{H_2S} = 0{,}008 \pm 0{,}002 \quad мг/м^3.$$

13.3 Если массовая концентрация сероводорода ниже нижней границы диапазона измерений, производят следующую запись в журнале: «Массовая концентрация сероводорода менее 0,006 $мг/м^3$».

14 Контроль точности результатов измерения

14.1 Требования к контролю качества

14.1.1 Для обеспечения достоверности результатов анализов регулярно проводят проверку стабильности градуировочной характеристики и *оперативный контроль повторяемости*, нормативы которого рассчитаны по ГОСТ Р ИСО 5725-2 и приведены в приложении А.

Эти нормативы рассчитаны на основании показателей, полученных по результатам межлабораторного эксперимента с участием 8 лабораторий и представленных в таблице 7.

Таблица 7 – Характеристики погрешности и её составляющих на стадии анализа жидких проб

Диапазон измерений массы сульфид-ионов в 5 $см^3$, мкг	Показатель повторяемости σ_r^*, %	Показатель воспроизводимости σ_R^*, %	Показатель точности δ^*, %
От 0,25 до 8,0	4	11	23

Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в «Руководстве по качеству лаборатории».

14.1.2 Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют, используя методы контроля стабильности стандартного отклонения прецизионности в условиях повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-6 в виде контрольных карт Шухарта с учетом рекомендаций РМГ 76 (см. приложение Б). Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от двадцати до тридцати.

14.1.3 При неудовлетворительных результатах контроля, например, превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят

смену реактивов, проверяют работу оператора, качество дистиллированной воды и чистоту посуды.

14.2 Контроль стабильности градуировочной характеристики

14.2.1 Контроль стабильности градуровочной характеристики следует проводить при каждой смене партии реактивов, а также периодически в соответствии с планами внутрилабораторного контроля. Рекомендуемая частота контроля при постоянной работе – один раз в квартал.

14.2.2 Контроль проводят по растворам, приготавливаемым аналогично растворам для градуировки № 2, № 4 и № 6 (см. таблицу 5). Каждый раствор готовят в трех сериях, одновременно готовят нулевой раствор. Измерения оптической плотности растворов проводят в соответствии с разделом 11. Проверку приемлемости трёх результатов измерений оптической плотности растворов проводят по условию (1) с нормативом для сульфид-ионов r_3^*, равным 13 % (см. приложение А).

14.2.3 Градуировочную характеристику признают стабильной при выполнении условия (3).

Если условие не выполняется, необходимо установить новую градуировочную характеристику по 10.5.

14.3 Оперативный контроль повторяемости результатов измерений концентрации сероводорода в растворе

14.3.1 Контроль повторяемости результатов проводится один раз в день, анализируя вместе с элюатами с сорбционных трубок две одинаковые аликвоты контрольного раствора. Средством контроля служит раствор с массовой концентрацией 5 мкг/см^3 сульфид-ионов, приготовленного по

10.1.8, контрольный раствор хранят в холодильнике. Поскольку данный раствор не устойчив, использовать его в качестве средства контроля повторяемости можно до тех пор, пока оптическая плотность проверяемых растворов не уменьшится на 50 % от исходной величины.

14.3.2 При контроле повторяемости отбирают по 0,5 $см^3$ раствора по 14.3.1, добавляют по 0,2 $см^3$ раствора для пропитки сорбционных трубок, 1 $см^3$ ДФД, 1 каплю раствора хлорного железа и 3,3$см^3$ дистиллированной воды, перемешивают и оставляют на 30 мин до полного развития окраски. Проводят измерения согласно разделу 11.

14.3.3 Результат контроля признают удовлетворительным при выполнении условия (1) с нормативом контроля для сульфид–ионов $r_2^{\cdot}$, равным 11 % (см. приложение А).

14.3.4 Результаты измерений оптической плотности контрольного раствора необходимо постоянно сравнивать с данными за прошлые дни. Резкие изменения средних значений оптической плотности свидетельствуют о нежелательных отклонениях в нормальном ходе анализа.

14.4 Оперативный контроль повторяемости и точности результатов измерений массовой концентрации сероводорода в газовых смесях

14.4.1 Оперативный контроль повторяемости и точности анализа может быть реализован при наличии в лаборатории генератора газовых смесей. При контроле проводят отбор и анализ двух проб газовой смеси с одинаковой концентрацией с выхода генератора. Контролируют повторяемость и точность результатов измерений.

14.4.2 Результаты контроля повторяемости признают удовлетворительными при выполнении следующих условий

$$\frac{2\cdot(X_{max}-X_{min})}{X_{max}+X_{min}}100 \le r_{2H_2S} \qquad (7)$$

где X_{max} - максимальный результат измерения, мг/м^3;

X_{min} - минимальный результат измерения, мг/м^3;

r_{2H_2S} - нормативы контроля повторяемости результатов измерений при анализе проб, отобранных из газовой смеси, при Р = 0,95 эти нормативы составят 14 %.

14.4.3 Результаты контроля точности признают удовлетворительными при выполнении для каждой контрольной пробы условий

$$\frac{|X-C|}{C}100 \le K \ , \qquad (8)$$

где X - результат измерения массовой концентрации сероводорода в смеси на выходе генератора, мг/м^3, приведенный к нормальным условиям;

С - значение массовой концентрации сероводорода приписанное газовой смеси на выходе генератора (при 0 °С и 101,3 кПа), мг/м^3;

Если по паспортным данным значение массовой концентрации сероводорода, приписанное газовой смеси на выходе генератора, указано при 20 ^{0}С, то для приведения к 0 ^{0}С это значение умножают на 1,07.

К - норматив контроля точности результатов измерений массовой концентрации сероводорода (для Р = 0,95) составляет 25 %.

Примечание - $K = \delta$.

Приложение А
(обязательное)
Нормативы для проведения внутреннего контроля

А.1 Нормативы для проведения внутреннего контроля получены на основе показателей точности, приведенных в таблице 8, и представлены в таблице А.1.

Таблица А.1

Наименование операции	Номер пункта настоящей методики	Способ расчета	Норматив
Проверка приемлемости результатов измерений оптической плотности раствора, проанализированного на содержание сульфид-ионов: а) при градуировке (n = 5); б) при контроле стабильности градуировочной характеристики (n = 3)	10.5	Размах результатов n измерений оптической плотности раствора, проанализированного на содержание сероводорода, отнесенный к среднему арифметическому по формуле (1)	(для P = 0,95) r^*_5 = 16 % r^*_3 = 13 %
Проверка приемлемости градуировочной характеристики	10.6	Вычисляют по формуле (3) $\frac{m_i^* - m_i}{m_i} 100 \le K^*$	δ^* = 23 %
Контроль стабильности градуировочной характеристики	14.2	Вычисляют по формуле (3) $\frac{m_j^* - m_i}{m_i} 100 \le K^*$	δ^* = 23 %
Оперативный контроль повторяемости результатов измерений оптической плотности растворов	14.3	Разность результатов двух измерений, отнесенная к среднему арифметическому значению по формуле (1)	(для P = 0,95) r^*_2 = 11 %
Контроль точности измерений объёма пробы воздуха	10.4	Разность результатов измерений объёма пробы счетчиком и ротаметром, отнесенная к показаниям газового счетчика	4800 см^3 6 %

Окончание таблицы А.1

Наименование операции	Номер пункта настоящей методики	Способ расчета	Норматив
Контроль точности результатов измерений массовой концентрации сероводорода в газовой смеси	14.4.3	Модуль относительного отклонения каждого результата измерения от приписанного значения массовой концентрации в газовой смеси по формуле (8)	(для P = 0,95) δ = 25 %
Оперативный контроль повторяемости результатов измерений концентрации сероводорода в газовой смеси	14.4.2	Разность результатов измерения проб, последовательно отобранных из поверочной газовой смеси по формуле (7)	(для P = 0,95) r_2 = 14 %

Приложение Б

(рекомендуемое)

Контрольные карты Шухарта

Б.1 Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории осуществляют, используя методы контроля стабильности стандартного отклонения прецизионности в условиях повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-6 в виде контрольных карт Шухарта с учетом рекомендаций РМГ 76.

Для построения контрольных карт используют полученные ранее результаты контроля повторяемости.

Б.2 Карта Шухарта строится на основе ежедневного оперативного контроля повторяемости. На карту наносят среднюю линию CL, которая соответствует рассчитанному значению контролируемой характеристики

$$CL = d_2 \cdot \sigma_r^*, \qquad (Б.1)$$

где d_2 - коэффициент для средней линии. Для n = 2 он равен 1,128;

σ_r^* – показатель повторяемости для стадии анализа отобранных проб, %. Для настоящей методики $\sigma_r^* = 4$ (см. таблицу 7).

Расчет предела предупреждения UCL и предела действия LCL выполняется по формулам

$$UCL = D_1 \cdot \sigma_r^*, \qquad (Б.2)$$

$$LCL = D_2 \cdot \sigma_r^*, \qquad (Б.3)$$

где D_1 и D_2 – коэффициент для двух параллельных измерений.

Для предела предупреждения D1 = 2,834, для предела действия D2= 3,686.

При этом все значения, наносимые на контрольную карту, выражают в относительных величинах в процентах.

Предел повторяемости r^* вычисляют по формуле

$$r^* = 100 \cdot \frac{|X_1 - X_2|}{\overline{X}}, \qquad (Б.4)$$

$$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}, \qquad (Б.5)$$

где X_1 и X_2 – количество сульфид-иона, найденное в пробе, мкг.

Б.3 Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от двадцати до тридцати. При превышении предела действия или частом превышении предела предупреждения выясняются причины этих отклонений, в том числе стабильность работы прибора, чистоту кювет и посуды, проверяют работу оператора, качество реактивов и дистиллированной воды.

Б.4 В течение определенного промежутка времени при проведении внутрилабораторного контроля точности определения сульфид-иона оперативный контроль прецизионности в условиях повторяемости был выполнен тридцать раз, при этом использовался один и тот же контрольный раствор с содержанием 2,5 мкг в 5 см^3 пробы. Результаты контроля приведены в таблице Б.1.

Таблица Б.1

X_1, мкг/5 см^3	X_2, мкг/5 см^3	$\lvert X_1 - X_2 \rvert$, мкг/5 см^3	$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}$, мкг/5 см^3	$r^* = 100 \cdot \frac{\lvert X_1 - X_2 \rvert}{\overline{X}}$, %
2,60	2,40	0,20	2,50	8,0
2,80	2,70	0,10	2,75	3,6
2,50	2,30	0,20	2,40	8,3
2,45	2,40	0,05	2,43	2,1
2,30	2,20	0,10	2,25	4,4
2,35	2,20	0,15	2,28	6,6
2,40	2,30	0,10	2,35	4,3

Окончание таблицы Б.1

X_1, мкг/5 см^3	X_2, мкг/5 см^3	$\lvert X_1 - X_2 \rvert$, мкг/5 см^3	$\overline{X} = \frac{X_1 + X_2}{2}$, мкг/5 см^3	$r^* = 100 \cdot \frac{\lvert X_1 - X_2 \rvert}{\overline{X}}$, %
2,60	2,50	0,10	2,55	3,9
2,40	2,20	0,20	2,30	8,7
2,45	2,30	0,15	2,38	6,3
2,25	2,20	0,05	2,23	2,2
2,55	2,35	0,20	2,45	8,2
2,50	2,40	0,10	2,45	4,1
2,30	2,20	0,10	2,25	4,4
2,45	2,30	0,15	2,38	6,3
2,35	2,20	0,15	2,28	6,6
2,45	2,30	0,15	2,38	6,3
2,50	2,45	0,05	2,48	2,0
2,65	2,50	0,15	2,58	5,8
2,48	2,33	0,15	2,41	6,2
2,35	2,10	0,25	2,23	11,2
2,40	2,15	0,25	2,28	11,0
2,28	2,20	0,08	2,24	3,6
2,70	2,60	0,10	2,65	3,8
2,65	2,40	0,25	2,53	9,9
2,30	2,15	0,15	2,23	6,7
2,45	2,32	0,13	2,39	5,4
2,40	2,25	0,15	2,33	6,4
2,55	2,32	0,23	2,44	9,4

Б.5 Находим: средняя линия 1,1281·4 = 4,5 %, предел предупреждения 2,834·4 = 11,3 %, предел действия 3,686·4 = 14,7 %. Построенная карта Шухарта приведена на рисунке Б.1.

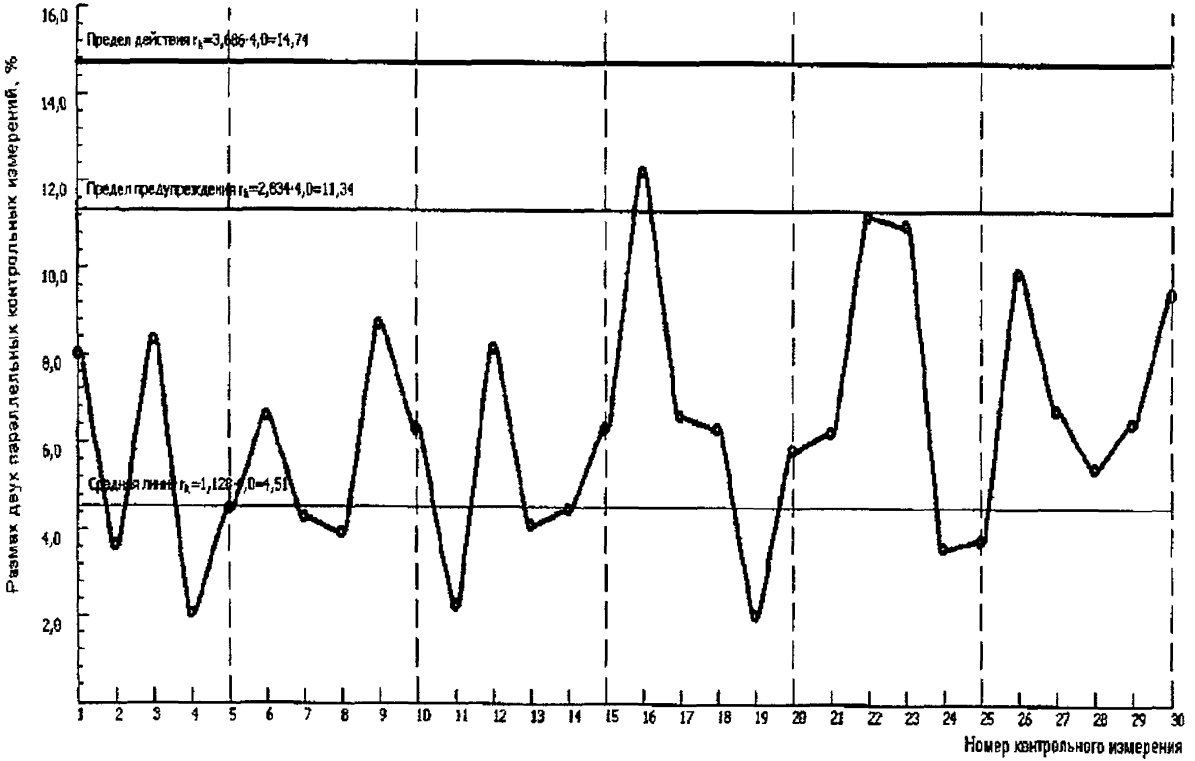

Рисунок Б.1 - Построение карты Шухарта для контроля прецизионности в условиях сходимости (повторяемости)

Библиография

[1] Вольберг Н.Ш., Павленко А.А./Труды ГГО, 1975. - Вып. 352. - с. 179-184

[2] Павленко А.А. /Труды ГГО, 1979. - Вып. 436. - с. 136-139

[3] *Правила по технике безопасности при производстве* наблюдений и работ на сети Росгидромета. - М.: Гидрометеоиздат, 1983. - с. 161-189

Ключевые слова: анализ атмосферного воздуха, сероводород, мониторинг загрязнения атмосферы, фотометрический метод, по реакции образования метиленовой синей

Лист регистрации изменений

Номер изменения	Номер страницы				Номер документа (ОРН)	Подпись	Дата	
	измененной	замененной	новой	аннулированной			внесения изменения	введения изменения

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ И ЭКОЛОГИИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
Федеральная служба по гидрометеорологии и мониторингу окружающей среды
Федеральное государственное бюджетное учреждение «Научно-производственное объединение «ТАЙФУН»
(ФГБУ «НПО «Тайфун»)
Россия, 249038, г. Обнинск Калужской обл., ул. Победы, 4
телефон.: (48439) 71540, факс: (48439)40910, e-mail:post@typhoon.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 18.16.795/01.00305-2011/2014

Методика измерений массовой концентрации сероводорода в пробах атмосферного воздуха фотометрическим методом по реакции образования метиленовой синей,
разработанная
Федеральным государственным бюджетным учреждением «Главная геофизическая обсерватория им. А.И. Воейкова» (ФГБУ «ГГО»), Карбышева ул., д. 7, г. Санкт-Петербург, 194021,
предназначенная для целей мониторинга загрязнения окружающей среды и регламентированная в
РД 52.04.795-2014 «Массовая концентрация сероводорода в пробах атмосферного воздуха. Методика измерений фотометрическим методом по реакции образования метиленовой синей».
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 «Методики (методы) измерений».

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов экспериментальных исследований по разработке методики измерений.

В результате аттестации установлено, что методика измерений соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными в приложении.

Генеральный директор В.М. Шершаков
Дата выдачи: 16.04.2014

к «Свидетельству об аттестации
методики (метода) измерений»
№ 18.18.795/01.00305-2011/2014

Метрологические характеристики

Результаты аттестации РД 52.04.795–2014 «Массовая концентрация сероводорода в пробах атмосферного воздуха. Методика измерений фотометрическим методом по реакции образования метиленовой синей»,
соответствующие предъявляемым метрологическим требованиям, приведены в таблицах 1 и 2 (при принятой вероятности P= 0,95).

Таблица 1– Диапазон измерений, значения показателей качества (количественная оценка) методики измерений повторяемости, воспроизводимости, точности

Наименование компонента	Диапазон измерений, мг/м³	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение результатов единичного определения, полученных по методике в условиях повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости* (среднее квадратическое отклонение всех результатов измерений, полученных по методике в условиях воспроизводимости) σ_R, %	Показатель точности (границы, в которых находится погрешность результатов измерений, полученных по методике) ± δ, %
Сероводород	От 0,006 до 0,1 включ.	5,0	12	25

* Показатель воспроизводимости получен по результатам экспериментальных исследований в восьми лабораториях

Таблица 2 –Диапазон измерений, значения показателей качества (количественная оценка) методики измерений пределов повторяемости, воспроизводимости

Наименование компонента	Диапазон измерений, мг/м³	Предел повторяемости для двух результатов параллельных определений r, %	Предел воспроизводимости для двух результатов измерений R, %
Сероводород	От 0,006 до 0,1 включ.	14	34

При реализации методики измерений в лаборатории обеспечивают:

– оперативный контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки повторяемости и погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

– контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения повторяемости, внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в документе на методику измерений РД 52.04.795–2014.

Периодичность оперативного контроля и процедуры контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Начальник ЦМТР А.Ф. Ковалев

2

gost.e-ecolog.ru