ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФБУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»



С.А. Хахалин

2011 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА И ВЫБРОСОВ В АТМОСФЕРУ

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ОРГАНИЧЕСКИХ КИСЛОТ ($C_1 – C_6$) В ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ В АТМОСФЕРУ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 13.1.54-2007

(ФР 1.31.2007.03834)

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 2007 г.
(издание 2011 г.)

gost.e-ecolog.ru

1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации низкомолекулярных алифатических монокарбоновых кислот $C_1 - C_6$ в промышленных выбросах в атмосферу газохроматографическим методом.

Диапазоны измеряемых концентраций (мг/м^3):

Муравьиная кислота	от 0,5 до 2000 вкл.
Уксусная кислота	от 2,5 до 2000 вкл.
Пропионовая кислота	от 10,0 до 2000 вкл.
Масляная кислота	от 5,0 до 2000 вкл.
Валериановая кислота	от 2,5 до 2000 вкл.
Капроновая кислота	от 2,5 до 2000 вкл.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Таблица 1 – Диапазоны измерений, значения показателей точности, правильности и повторяемости

Диапазон измеряемых концентраций, мг/м^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности, P=0,95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности[1] (границы относительной погрешности методики, P=0,95), $\pm\delta$,%
От 0,5 до 5,0 включ.	7,5	20	25
Св. 5,0 до 50 включ.	6,5	19	24
Св. 50 до 2000 включ.	5	18	21

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 измерений в конкретной лаборатории.

[1] Соответствует расширенной стандартной неопределенности при коэффициенте охвата k = 2

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы:

3.1 Средства измерений, вспомогательное оборудование

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором

Колонка хроматографическая капиллярная с фазой полиэтиленгликоль (ПЭГ-20 М), длиной 40 –50 м, диаметром 0,3-0,4 мм, толщиной пленки 0,25 мкм

Весы лабораторные специального или высокого класса точности с ценой деления не более 0,1 мг, наибольшим пределом взвешивания не более 210 г по ГОСТ Р 53228-2008

Гири по ГОСТ 7328-2001

Колбы мерные вместимостью 100 $см^3$ с притертыми пробками по ГОСТ 1770-74

Микрошприц МШ–10, вместимостью 10 $мм^3$, ТУ 2.833.106 –83, ГАЗОХРОМ, вместимостью 1, 2, 10 $мм^3$, ТУ 25-05-2152-71

Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 0,5, 1, 5 $см^3$ по ГОСТ 29227-91

Пробирки со шлифом и пробкой по ГОСТ 25336-82

Цилиндры 1-500, 1-1000 по ГОСТ 1770-74

Электроаспиратор типа М-822 по ТУ 64-1-862-82

Дифманометр-тягомер типа ДТмМП по ГОСТ 2405-88

Барометр по ТУ 25-04-1797-75

Термометр жидкостной лабораторный по ГОСТ 29224-91

Секундомер, класс 3, цена деления секундной шкалы 0,2 с

Линейка металлическая, цена деления 1 мм по ГОСТ 427-75

Лупа измерительная по ГОСТ 25706-83

Шкаф сушильный

Баня водяная любого типа

Баня масляная любого типа

Стаканы химические по ГОСТ 25336-82

Флаконы пенициллиновые по ТУ 9461-025-00480678-95 с пробками резиновыми по ТУ 38.006108-95 и алюминиевыми колпачками по ГОСТ Р 51314-99 для их герметизации; или специальные флаконы с привинчивающейся пробкой с мембраной, способные выдерживать нагревание и повышение внутреннего давления.

Примечания.

1 Допускается применение иных средств измерений, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

3.2 Реактивы и материалы

Кислота серная по ГОСТ 4204-77
Кислота соляная по ГОСТ 3118-77
Калия гидроокись по ГОСТ 24363-80
Натрия гидроокись по ГОСТ 24328-77
Ундекан по ТУ 6-09-3375-78
Кислота муравьиная по ГОСТ 5848-73
Кислота уксусная по ГОСТ 61-75
Кислота пропионовая по ТУ 6-09-989-80
Кислота масляная по ТУ 6-09-530-75
Кислота валериановая по ТУ 6-09-528-75
Кислота капроновая по ТУ 6-09-126-75
Гелий газообразный по ГОСТ 20461-75
Водород газообразный по ГОСТ 3022-80
или генератор водорода
Воздух сжатый очищенный по ГОСТ 17433-80
Динохром Н или П, фракция 0,16-0,25 по ТУ 6-09-3958-75
Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72
Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-87
Вторбутанол (вторичный бутиловый спирт, бутанол-2) CAS 78-92-2
Стекловолокно по ГОСТ 10727-74
Бумага индикаторная универсальная по ТУ 6-09-11181-76
Фильтры обеззоленные по ТУ 6-09-1678-95

Примечания.

1 Все реактивы, используемые для измерений, должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Для определения концентрации карбоновых кислот ($C_1 - C_6$) в газовых выбросах используется метод капиллярной распределительной газожидкостной хроматографии с предварительным отбором и концентрированием образца воздуха на сорбенте, обработанном щелочью. Кислоты анализируются в виде вторбутиловых эфиров. Расчет производится методом внутреннего стандарта.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При работе в лаборатории необходимо соблюдать следующие требования техники безопасности.

5.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

5.2 Электробезопасность при работе с электроустановками соблюдается по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

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

5.4 Организация обучения работающих безопасности труда производится по ГОСТ 12.0.004-90.

5.5 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88.

5.6 Работы на высоте следует проводить в соответствии с требованиями СНиП III - 4-80.

При отборе проб должны соблюдаться общие правила безопасности для предприятий и организаций соответствующей отрасли.

5.7 При выполнении измерений соблюдают правила работы по безопасной эксплуатации, транспортировке и хранению баллонов со сжатыми, сжиженными и растворенными газами и требования безопасности, изложенные в техническом описании хроматографа.

5.8 Алифатические монокарбоновые кислоты – малотоксичные вещества, но обладающие крайне неприятным запахом, потому при работе с ними следует соблюдать аккуратность. Участок кожи, на который попала кислота, следует протереть тампоном, смоченным скипидаром или бензином, а затем тщательно вымыть с мылом.

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

6.1 К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалистов, имеющих высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод в процессе тренировки и получивших удовлетворительные результаты при выполнении контроля процедуры измерений.

6.2 Монтаж и техническое обслуживание хроматографа осуществляют специалисты по обслуживанию хроматографического оборудования.

7 ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

Условия, при которых обеспечивается установленная точность измерений, следующие:

- атмосферное давление (97,3-104,6) кПа;
- температура воздуха от 20±5°С;
- относительная влажность воздуха не более 80 % при t = 25°С;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц;
- напряжение питания электросети (220±22) В.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: подготовка пробоотборника, отбор проб, подготовка хроматографической колонки, приготовление внутреннего стандарта и смеси кислот, определение градуировочных коэффициентов.

8.1 Подготовка пробоотборника

В качестве пробоотборника используют стеклянную трубку, размеры и формы которой приведены в Приложении А, рис 1. В качестве сорбента используют динохром Н или П, промытый соляной кислотой и отмытый дистиллированной водой до нейтральной реакции. На сорбент наносят натрия гидроокись в количестве 5% массы сорбента. Для приготовления 50 г сорбента 2,5 г натрия гидроокиси растворяют в 100-150 $см^3$ этанола. В полученный раствор высыпают сорбент. Этанол выпаривают на масляной бане при непрерывном перемешивании или используют роторный испаритель. Окончательную сушку производят в сушильном шкафу при температуре 110-120°С в течение 3 ч. Тщательно высушенный сорбент навесками по 0,7-0,8 г засыпают в пробоотборные трубки. Для предотвращения высыпания сорбента из трубок и засасывания его в аспиратор используют тампоны из стекловолокна. Стекловолокно предварительно выдерживают в течение 30 мин в концентрированном растворе соляной кислоты, затем промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции и сушат.

Пробоотборник после заполнения сорбентом герметизируют отрезками резиновой или силиконовой трубки длиной 40 мм внутренним диаметром 4 мм, один из концов которой закрыт стеклянным вкладышем диаметром 6 мм.

8.2 Отбор проб

Отбор проб производится электроаспиратором в пробоотборник. Время и скорость отбора зависит от ориентировочной суммарной концентрации кислот в выбросах (Таблица 2).

После отбора проб пробоотборник герметизируется с двух сторон.

Объем газа, проходящего через газоход при рабочих и нормальных условиях, определяют согласно ГОСТ 17.2.4.06-90 «Охрана природы. Атмосфера. Методы определения скорости и расхода газопылевых потоков, отходящих от стационарных источников загрязнения».

Место для отбора проб выбирают на прямолинейном участке газохода на достаточном удалении от вентиляторов, задвижек, отводов и других подобных устройств.

Таблица 2

Ориентировочная суммарная концентрация кислот, мг/м^3	Расход при отборе проб, дм^3/мин	Время отбора, мин
До 50	5	30
От 50 до 200 вкл.	4	25
От 200 до 600 вкл.	3	10
От 600 до 2000 вкл.	2	5

8.3 Подготовка прибора

Хроматограф готовят к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации. В качестве газа-носителя используют гелий. Ввод пробы осуществляют микрошприцем.

Параметры газохроматографического анализа:

объем пробы, мм^3	1-2;
начальная температура термостата колонки, °С	70;
температура испарителя, °С	300;
температура детектора, °С	300;
линейная скорость газа носителя, см/с	20-30;
расход газа-носителя из делителя потока, см^3/мин	10-15;
расход водорода, см^3/мин	30;
расход воздуха, см^3/мин	300.

С началом выхода пика вторбутанола включается программирование температуры со скоростью 6°С/мин до 200°С.

8.4 Кондиционирование хроматографической колонки

Хроматографическую колонку кондиционируют в термостате хроматографа в потоке газа-носителя, предварительно отсоединив колонку от детектора. Устанавливают расход гелия через колонку 15-20 см^3/мин и выдерживают колонку при температуре (60-70)°С в течение 20 мин. Затем поднимают температуру термостата колонок со скоростью 2°С/мин до температуры 190°С/мин и при этой температуре кондиционируют колонку в течение 8-10 ч. Завершив кондиционирование, колонку охлаждают, подсоединяют к детектору и выводят хроматограф на рабочий режим.

8.5 Приготовление внутреннего стандарта

Взвешивают 0,1000 г ундекана, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки втор-бутанолом.

В 1 см^3 раствора должно содержаться 1 мг ундекана.

8.6 Приготовление искусственных смесей кислот

Для определения градуировочных коэффициентов готовят три искусственные смеси кислот C_1 – C_6 с разными концентрациями компонентов в диапазоне определяемых концентраций.

В пробирку объемом 10 см^3 со шлифом, установленную на аналитических весах, последовательно вносят каждую из кислот, при этом записывают массу (Mx_i) каждой прибавленной кислоты. Пробирку закрывают стеклянной пробкой и тщательно встряхивают. Готовят не менее трех смесей, с разным по отношению друг к другу содержанием кислот. Объем каждой из прибавленных (Vx_i) кислот и суммарный объем кислот ($\sum Vx_i$) находят с использованием стандартных справочных данных о плотностях (ρ_i)кислот:

№	Кислота	ρ_i, мг/см^3	№	Кислота	ρ_i, мг/см^3
1	Муравьиная	1220,1	4	Масляная	958,3
2	Уксусная	1049,2	5	Валериановая	939,4
3	Пропионовая	994,2	6	Капроновая	927,6

Концентрацию C_i (мг/см^3) кислоты в каждой из искусственных смесей кислот рассчитывают по формуле:

$$C_i = \frac{Mx_i}{\sum Vx_i} = \frac{Mx_i}{\sum \frac{Mx_i}{\rho_i}} \qquad (1)$$

где: Mx_i – масса каждой из кислот;

ρ_i – плотность каждой из кислот;

$\sum Vx_i$ – суммарный объем всех кислот.

8.7 Определение градуировочных коэффициентов

В чистые флаконы последовательно вносят: 0,7-0,8 г сорбента, приготовленного (по п.8.1), 1,5 см^3 втор-бутанола с внутренним стандартом (по п. 8.5), калиброванным микрошприцем 10 мм^3 искусственной смеси кислот (по п. 8.6) и 2 капли концентрированной серной кислоты.

После этого флакон герметизируют, проводят этерификацию и хроматографирование в соответствии с п. 9.

Каждую смесь хроматографируют 3 раза. Пример хроматограммы искусственной смеси приведен на рис.4 Приложения В.

Промежуточные градуировочные коэффициенты K_{ii} для каждого i-го компонента в одной из трех искусственных смесей рассчитывают по формуле:

$$K_{ii} = \frac{C_i \cdot V_k \cdot S_{cm}}{C_{cm} \cdot V_e \cdot S_i} \quad (2)$$

где:

C_i – концентрация i-й кислоты в одной из искусственных смесей, мг/см^3 (формула 1);

C_{cm} – концентрация внутреннего стандарта (ундекана) во вторбутаноле, мг/см^3 (п. 8.5);

V_k – объем искусственной смеси кислот, взятой для этерификации, см^3;

V_e – объем вторбутанола, взятого для этерификации, см^3;

S_{cm} – площадь хроматографического пика внутреннего стандарта (ундекана), мм^2 или ед. счета;

S_i – площадь хроматографического пика i-й кислоты, мм^2 или ед. счета.

Градуировочные коэффициенты K_i для каждого i-го компонента вычисляют как среднее значение для трех искусственных смесей:

$$K_i = \frac{\sum K_{ii}}{3} \quad (3)$$

Площадь хроматографических пиков вычисляют как произведение высоты пика на ширину на половине высоты. При хроматографировании также фиксируют времена выхода каждой из кислот (для идентификации пиков).

Ориентировочные градуировочные коэффициенты следующие:

Кислота	C_1	C_2	C_3	C_4	C_5	C_6
Градуировочный коэффициент, K_i	0,87	0,99	0,97	1,04	0,96	1,10

Контроль стабильности градуировочных коэффициентов осуществляют не реже одного раза в месяц, а также перед анализом серии проб, после замены колонок, ремонта и поверки хроматографа.

Градуировочные коэффициенты считают стабильными при выполнении следующего условия:

$$|K_i - K_{ik}| \le 0{,}15 \cdot K_i \quad (4)$$

где:

K_i – установленное значение градуировочного коэффициента;

K_{ik} – значение градуировочного коэффициента, полученное при контроле.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Для этерификации отобранных на сорбент кислот содержимое пробоотборной трубки аккуратно переносят в пенициллиновый флакон. Пипеткой добавляют 1,5 см^3 вторбутанола с введенным в него внутренним стандартом (по п. 8.5) и две капли концентрированной серной кислоты.

Флаконы немедленно плотно закрывают и выдерживают в кипящей водяной бане 50 мин. После охлаждения флаконы тщательно встряхивают, аккуратно вскрывают. Хроматографируют полученный раствор, вводя микрошприцем 1-2 мм^3 в испаритель хроматографа.

Примечание.

Флаконы герметизируют с помощью устройства, конструкция которого приведена на рис. 2 и 3 Приложения Б.

Компоненты идентифицируют по времени удерживания.

Вычисляют площади пиков S, мм^2 или ед. счета.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Массу *i*-ой кислоты m_i (мг) в образце определяют по формуле:

$$m_i = K_i \cdot C_{cm} \cdot V_e \cdot \frac{S_i}{S_{cm}} \qquad (5)$$

где:

C_{cm} – концентрация внутреннего стандарта (ундекана) во вторбутаноле, мг/см^3;

V_e – объем вторбутанола, взятого для этерификации, см^3;

S_{cm} – площадь хроматографического пика внутреннего стандарта (ундекана), мм^2 или ед. счета;

S_i – площадь хроматографического пика *i*-ой кислоты, мм^2 или ед. счета;

K_i – градуировочный коэффициент для *i*-ой кислоты (формула 3).

10.2 Концентрацию *i*-ой кислоты в воздухе X_i (мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$X_i = \frac{m_i\,(273+t_p)\;101{,}3 \cdot 1000}{273 \cdot (P-P_p)\;V_i} \qquad (6)$$

где:

m_i – масса *i*-ой кислоты в образце, мг;

V_i – объем газовой пробы, отобранной на анализ, дм^3;

P – атмосферное давление во время отбора пробы, кПа;

P_p – разряжение перед ротаметром, кПа;

t_p – температура газового потока перед ротаметром во время отбора пробы,°С.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат анализа X_i, мг/м^3 в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X_i \pm \Delta$, P=0,95,

где Δ - показатель точности методики.

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

Допустимо результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X \pm \Delta_л$, P=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$, где

X – 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.

12 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют в соответствии с требованиями раздела 5.2. ГОСТ Р ИСО 5725-6. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (r). Значения r приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Предел повторяемости результатов измерений

Диапазон измеряемых концентраций, мг/м^3	Предел повторяемости при P=0,95, r, %
От 0,5 до 5,0 включ.	21
Св. 5,0 до 50 включ.	18
Св. 50 до 2000 включ.	14

13 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

13.1 Общие положения

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений;
- контроль стабильности результатов измерений на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения (СКО) повторяемости, СКО промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности и правильности.
- Периодичность проведения контроля, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируются во внутренних документах лаборатории.
- Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с п.5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

13.2 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием образцов для контроля

Анализируют образец для контроля, приготовленный с использованием аттестованных смесей кислот гарантированной чистоты. Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = X_i - C \qquad (7)$$

где X – результат анализа;

C – аттестованное значение концентрации кислоты в образце для контроля.

Для оценки качества процедуры выполнения анализа рассчитывают норматив контроля $K_к$ по формуле: $K_к = \Delta_л$,

где $\pm \Delta_л$ – характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению содержания кислоты в образце для контроля

Примечание:

На первом этапе допускается считать $\Delta_л = 0{,}84\,\Delta$, где Δ – показатель точности МВИ.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_к| \le |K|, \qquad (8)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной. Претензии к качеству процесса измерений не предъявляют.

При невыполнении условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

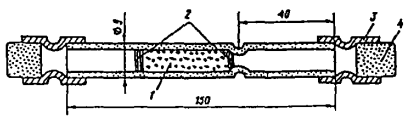

Рис.1 – Пробоотборная трубка
1 – сорбент, 2 – тампоны из стекловолокна, 3 – резиновая трубка, 4 – стеклянный вкладыш.

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

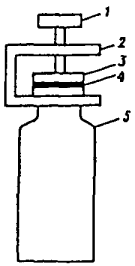

Рис. 2 – Микрореактор для этерификации
1 – прижимный винт, 2 – струбцина, 3- пробка, 4 – прокладка из силиконовой резины, 5 – пенициллиновый пузырек.

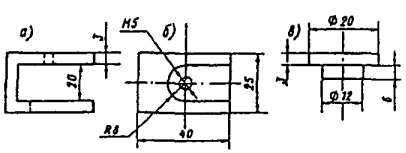

Рис. 3 – струбцина из нержавеющей стали
А – вид сбоку, б – вид снизу, в – пробка.

ПРИЛОЖЕНИЕ В

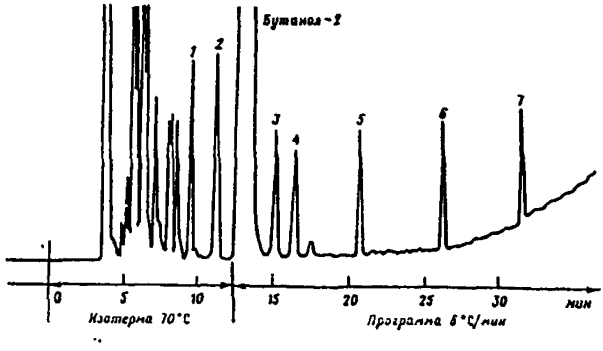

Рис 4 – Хроматограмма искусственной смеси вторбутиловых эфиров кислот

1 – Муравьиная кислота; 2 – уксусная кислота; 3 – пропионовая кислота 5 – масляная кислота; 6 – валериановая кислота; 7 – капроновая кислота; 4 - ундекан

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ
(РОСПРИРОДНАДЗОР)
ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ
ТЕХНОГЕННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ»
(ФБУ «ФЦАО»)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 026/01.00301-2010/2011

Методика измерений массовой концентрации органических кислот ($C_1 - C_6$) в промышленных выбросах в атмосферу газохроматографическим методом,

предназначенная для применения в организациях, осуществляющих контроль состава промышленных выбросов в атмосферу,

разработанная ФБУ «ФЦАО» 125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 11, стр. 1

и содержащаяся в ПНД Ф 13.1.54-2007 «Методика измерений массовой концентрации органических кислот (C_1–C_6) в промышленных выбросах в атмосферу газохроматографическим методом», 2011 г., на 16 листах.

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с **Федеральным законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и ГОСТ Р 8.563-2009.**

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики (метода) измерений и экспериментальных исследований.

В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод) измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 листе.

Директор ФБУ «ФЦАО» С.А. Хахалин

Дата выдачи: 25.11.2011 г.

125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д. 11, стр. 1, тел.: (495) 943-29-44, www.fcao.ru

БЛАНК НЕ ЯВЛЯЕТСЯ ЦЕННОЙ БУМАГОЙ, изготовлен ЗАО "Опцион" (лицензия № 05-05-09/003 ФНС РФ) тел.: 646-8088, 608-7817, г. Москва, 2009 год

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 026/01.00301-2010/2011 об аттестации методики измерений массовой концентрации органических кислот (C_1 – C_6) в промышленных выбросах в атмосферу газохроматографическим методом

на 1 листе

Таблица 1 – Диапазоны измерений, значения показателей точности, правильности и повторяемости

Диапазон измеряемых концентраций, мг/м^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности, P=0,95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности[1] (границы относительной погрешности методики, P=0,95), $\pm\delta$,%
От 0,5 до 5 включ.	7,5	20	25
Св. 5,0 до 50 включ.	6,5	19	24
Св. 50 до 2000 включ.	5	18	21

Таблица 2 - Пределы повторяемости результатов измерений

Диапазон измеряемых концентраций, мг/м^3	Предел повторяемости при P=0,95, r, %
От 0,5 до 5 включ.	21
Св. 5,0 до 50 включ.	18
Св. 50 до 2000 включ.	14

Начальник отдела ФБУ «ФЦАО»
Эксперт-метролог (Сертификат № RUM 02.33.00389, дата выдачи: 24.11.2009 г.) Т.Н. Попова

[1] Соответствует расширенной стандартной неопределенности при коэффициенте охвата k = 2

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена федеральным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия (ФБУ «ФЦАО»).

Главный инженер ФБУ «ФЦАО», к.х.н. В.С. Талисманов

Разработчик:

Федеральное бюджетное учреждение «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»)
Адрес: 125080, г. Москва, п/о № 80, а/я № 86
Телефон: (495) 943-29-44
Телефон/факс: (495) 781-64-95
E-mail: gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru
Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на иных других носителях информации данных материалов без письменного разрешения разработчика преследуется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации.