ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды
А.А.Соловьянов
«марта 1999 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА И ВЫБРОСОВ В АТМОСФЕРУ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ ОКСИДА УГЛЕРОДА И МЕТАНА В АТМОСФЕРНОМ ВОЗДУХЕ, ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ И ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ МЕТОДОМ РЕАКЦИОННОЙ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

ПНД Ф 13.1:2:3.27-99

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

Москва 1999 г.
(издание 2005 г.)

gost.e-ecolog.ru

В соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725–1-2002 ÷ ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и на основании свидетельства о метрологической аттестации № 224.02.11.045/2005 в МВИ внесены изменения (*Протокол № 2 заседания НТС ФГУ «ФЦАО» от 04.05.2005*).

Настоящая методика предназначена для измерений массовой концентрации оксида углерода и метана в атмосферном воздухе, в воздухе рабочей зоны и в источниках промышленных выбросов.

Диапазон измеряемых концентраций от 2,0 до 600 мг/м^3.

Определению не мешают другие соединения, присутствующие в пробе.

1 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

Таблица 1 - Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/м^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta$, %
От 2 до 600 вкл.	4	10,5	9	23

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 в конкретной лаборатории.

2 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором (предел детектирования по пропану 2,5 х 10^{-11} г/с).

Система обработки данных. (При отсутствии - допускается применять линейку измерительную, металлическую с ценой деления 1 мм, ГОСТ 427-75; лупу измерительную, ГОСТ 25706-83).

Хроматографическая колонка из нержавеющей стали длиной 3 метра и внутренним диаметром 3 мм.

Комплект поверочных газовых смесей метан/воздух и оксид углерода/воздух, ТУ 6-16-2356-92 - для градуировки хроматографа (табл. 2).

Таблица 2

№ смеси п/п	Номер по реестру ГСО	Номинальное значение и допускаемые отклонения объемной доли масс. концентрации, метана, млн$^{-1}$(%)	метана, мг/м^3	Пределы допускаемой абсолютной погрешности, ±Δ
1	3896-87	5,0 ± 1,0 млн$^{-1}$	3,3 ± 0,7	0,5 0,3
2	3901-87	36,0 ± 4,0 млн$^{-1}$	24,0 ± 3,0	1,5 1,0
3	4445-88	0,08 ±0,01%	530 ± 70	0,002 13
		оксида углерода, млн$^{-1}$	оксида углерода, мг/м^3	
1	3841-87	10,0 ± 2,0 млн$^{-1}$	11,7 ± 2,2	1,0 1,1
2	3846-87	50 ± 5,0 млн$^{-1}$	58 ± 6,0	3,0 3,5
3	3851-87	430 ± 35 млн$^{-1}$	500 ± 40	17 20

Примечания:

1. Допускается применение поверочных газовых смесей с другими значениями объемной доли (массовой концентрации) метана и оксида углерода, установленными с относительной погрешностью не более ± 10%.

2. Значения объемной доли метана, выраженные в млн$^{-1}$, пересчитываются в значения массовой концентрации метана в мг/м^3 (при 20°С и 101,3 кПа) путем умножения на 0,667.

3. Значения объемной доли оксида углерода, выраженные в млн$^{-1}$, пересчитываются в значения массовой концентрации оксида углерода в мг/м^3 (при 20°С и 101,3 кПа) путем умножения на 1,165.

Секундомер, кл-3, цена деления 0,2 сек.

Печь муфельная, обеспечивающая нагрев до 1000 °С.

Весы лабораторные типа ВЛР-200, ГОСТ 24104-2001.

Аспиратор для отбора проб воздуха, модель 822, ТУ 64-1-862-77.

Шприцы цельностеклянные, вместимостью 50-100 см^3, ТУ 64-1-1279-75.

Пипетки газовые, вместимостью 250-500 см^3.

Кожух испарителя (Приложение А, рис.1).

Реактор (Приложение А, рис.1).

Набор сит " Физприбор " или сита аналогичного типа.

Стекловолокно, ГОСТ 10727-74.

Вата гигроскопическая, ГОСТ 5556-81.

Эксикатор, ГОСТ 25336-82.

Посуда лабораторная фарфоровая, ГОСТ 9147- 80.

Стеклянный фильтрующий патрон размером 0,2 м х 4 мм.

Цеолиты типа СаА.

Нихромовая проволока марки Х20Н80, сечением 0.15-0,25 мм, ГОСТ 12766-67.

Аскарит, ТУ 6-09-3880-79.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

Натрий хлористый, ГОСТ 4233-77.

Этанол, для хроматографии, ТУ 6-09-1710-77.

Водород технический, ГОСТ 3022-80 , сортность Б.

Воздух, ГОСТ 11882-73.

Примечание. Допускается использование иных средств измерений, вспомогательного оборудования и реактивов, с метрологическими и техническими характеристиками не хуже, чем у приведенных выше.

3 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Определение содержания оксида углерода и метана в газовой пробе основано на использовании метода реакционной газовой хроматографии, который включает отделение метана и оксида углерода от воздуха колонке с цеолитами, конверсию оксида углерода до метана на нихромовом катализаторе и детектирование пламенно-ионизационным детектором.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.007-76.

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.

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке результатов допускают лиц, имеющих высшее или среднее специальное образование или опыт работы на газовом хроматографе и в химической лаборатории, прошедших инструктаж по технике безопасности, освоивших метод в процессе тренировки и уложившихся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

6 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При проведении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха 20 ± 5°С;

атмосферное давление 84,0-106,7 кПа (630-800 мм рт.ст.);

влажность воздуха не более 80% при температуре 25°С;

напряжение в сети 220 ±22 В;

частота переменного тока 50 ± 1 Гц.

При выполнении измерений должны соблюдаться следующие условия хроматографического анализа:

Длина колонки, м	3
Диаметр колонки, мм	3
Сорбент	цеолиты СаА, фр. 0,25-0,50 мм
Реактор	
длина, м	0,3
диаметр, мм	3
Катализатор для конверсии оксида углерода	нихромовая проволока марки Х20Н80
Наполнитель фильтрующего патрона	аскарит
Температура детектора, °С	100

Температура реактора, °С	325
Температура термостата, °С	90
Газ-носитель	водород
Расход газа-носителя, $см^3$/мин	40
Расход воздуха, $см^3$/мин	300
Вместимость крана-дозатора, $см^3$	2
Скорость движения ленты потенциометра, мм/ч	240
Отношение выходного сигнала хроматографа к шуму	Не менее 10:1 (При отсутствии системы обработки данных минимальная высота пика– 10% от шкалы показывающего прибора)
Время хроматографического анализа, мин	7

Типовая хроматограмма разделения метана и оксида углерода приведена на рис. 2 (Приложение Б).

Эффективность разделительной колонки признаётся удовлетворительной, если степень разрешения (R_s) для метана и оксида углерода не менее 1,5. Степень разрешения вычисляют по формуле:

$$R_s = \frac{t_2 - t_1}{\mu_1 + \mu_2} \qquad (1)$$

где t_1 и t_2 - времена удерживания метана и оксида углерода, с;

μ_1 и μ_2 - ширина пиков метана и оксида углерода на половине их высоты, с.

При наличии системы обработки данных μ_1 и μ_2 можно рассчитать по формулам:

$$\mu_1 = \frac{S_1}{h_1} \qquad (2)$$

$$\mu_2 = \frac{S_2}{h_2} \qquad (3)$$

где h_1, h_2, и S_1, S_2 - высоты и площади пиков метана и оксида углерода.

При нарушении указанного условия необходимо провести регенерацию хроматографической колонки согласно п. 7.3.

7 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Приготовление катализатора для конверсии оксида углерода

Нихромовую проволоку диаметром 0,15-0,25 мм нарезают длиной 1-3 мм, прокаливают в муфельной печи при температуре 1000°С в течение 2-х часов, после чего засыпают в реактор из нержавеющей стали, концы которого закрывают пробками из стекловолокна.

Реактор устанавливают в испаритель (Приложение А, рис. 1), собирают газовую схему (Приложение В, рис.3), выставляют параметры согласно условиям анализа и проводят процесс восстановления катализатора в течение 5-6 часов в токе газа-носителя - водорода. Срок службы катализатора не менее 1000 часов.

7.2 Приготовление сорбента

Цеолиты измельчают в фарфоровой чашке, отсеивают фракцию 0,25-0,50 мм, прокаливают в муфельной печи при 350°С в течение 3-4 часов и охлаждают в эксикаторе до комнатной температуры.

7.3 Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку промывают последовательно водой, этанолом, гексаном, высушивают в токе воздуха и заполняют сорбентом.

Подготовленную колонку подсоединяют к испарителю хроматографа и продувают газом-носителем с расходом 10 $см^3$/мин при температуре 80°С в течение 6 часов. После этого колонку подсоединяют к детектору и кондиционируют ее до стабилизации нулевой линии при температуре 90°С и максимальной чувствительности прибора.

7.4 Подготовка хроматографа

Подключение хроматографа к сети, проверку на герметичность и вывод на режим выполняют согласно инструкции по монтажу и эксплуатации хроматографа.

Методика предусматривает следующие изменения в газовой схеме хроматографа (Приложение В, рис.3):

- установку реактора для конверсии оксида углерода;
- применение водорода в качестве газа-носителя;
- введение перед краном-дозатором фильтрующего патрона с аскаритом для улавливания кислых газов.

7.5 Градуировка хроматографа

Градуировку хроматографа проводят методом абсолютной калибровки, используя серию градуировочных смесей с различной концентрацией метана и оксида углерода (п.2, табл. 2).

Для нахождения градуировочного коэффициента необходимо хроматографировать 3 градуировочных смеси с различной концентрацией метана и оксида углерода.

Градуировочную смесь не менее 5 раз подают в хроматографическую колонку и на полученных хроматограммах определяют значения высот пиков в мм (или ед. сч.).

Данная операция повторяется для всех взятых смесей.

Полученные градуировочные данные заносят в таблицу, аналогичную приведенной ниже.

Таблица 3

№ п/п	Массовая концентрация метана и оксида углерода (при 20°С и101,3 кПа), мг/м^3	Измеренное значение высоты пика, мм	Среднее значение высоты пика, мм	Приведенное значение высоты пика, мм
1	C_1	h_{11}; h_{12}; h_{13}; h_{14}; h_{15}	$\overline{h_1}$	$h_{1\,пр}$
2	C_2	h_{21}; h_{22}; h_{23}; h_{24}; h_{25}	$\overline{h_2}$	$h_{2\,пр}$
3	C_3	h_{31}; h_{32}; h_{33}; h_{34}; h_{35}	$\overline{h_3}$	$h_{3\,пр}$

При анализе каждой градуировочной смеси проверяют выполнение следующего условия:

$$\frac{h_{i\,max} - h_{i\,min}}{\overline{h_i}} 100\% \le 10\%, \qquad (4)$$

где $h_{i\,max}$ - максимальная высота хроматографического пика, мм или ед.сч;

$h_{i\,min}$ - минимальная высота хроматографического пика, мм или ед.сч;

$\overline{h_i}$ - среднее арифметическое высот пиков.

При невыполнении условия (4) анализ градуировочной смеси повторяют. При повторном невыполнении условия (4) выясняют и устраняют причины, приводящие к невыполнению этого условия.

Приведенное значение высоты ($h_{ПР}$) рассчитывают по формуле:

$$h_{ипр} = \overline{h_i} \cdot M_i \qquad (5)$$

где M_i - масштаб ослабления выходного сигнала для i-ой смеси.

По полученным данным определяют градуировочные коэффициенты (К) для каждого компонента по формуле:

$$K = \frac{\sum_{i=1}^{m} C_i \cdot \varpi_i \cdot h_{ипр}}{\sum_{i=1}^{m} h^2_{ипр} \cdot \varpi_i} \qquad (6)$$

где ϖ_i- коэффициент, учитывающий неравноточность измерений и применяемых для градуировки смесей; ϖ_i принимают равным $(1/\Delta C_i)^2$, где ΔC_i - предел допускаемой абсолютной погрешности установления значения массовой концентрации компонента в i-ой газовой смеси, мг/м^3 (принимается согласно паспорту на смесь).

Градуировочную характеристику признают удовлетворительной при выполнении следующего условия:

$$((K_{max} - K_{min})/K)100\% \le 15\%, \qquad (7)$$

где K_{max} - максимальный из m градуировочных коэффициентов;

K_{min} - минимальный из m градуировочных коэффициентов;

m – число градуировочных коэффициентов;

K – средневзвешенное значение градуировочных коэффициентов, рассчитанное по формуле:

$$K = m/(\sum_{i=1}^{m} 1/K_i). \qquad (8)$$

При невыполнении условия (7) выясняют и устраняют причины, приводящие к невыполнению этого условия. После чего повторяют процедуру построения градуировочной характеристики.

В процессе градуировки измеряют атмосферное давление ($P_{гр}$, кПа) и температуру пробы ($t_{гр}$, °С).

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в день, используя одну из газовых смесей, применяемых при градуировке хроматографа.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении следующего условия:

$$\frac{\left|(h_{пр})_к z - (h_{пр})_{гр}\right|}{(h_{пр})_{гр}} 100\% \le 12\%, \qquad (9)$$

где $(h_{пр})_к$ - значение приведенной высоты пика, рассчитанное при контроле стабильности градуировочной характеристики, мм или ед.сч.;

$(h_{пр})_{гр}$ - значение приведенной высоты пика, рассчитанное при построении градуировочной характеристики, мм или ед.сч.;

z – поправочный коэффициент, (см. раздел 10).

При невыполнении условия (9) выясняют и устраняют причины, приводящие к нестабильности градуировочной характеристики, и повторяют процедуру контроля стабильности градуировочной характеристики. При повторном невыполнении условия (9) строят новую градуировочную характеристику.

8 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб следует проводить в соответствии с РД-52-186-89 для атмосферного воздуха, ПНД Ф 12.1.1-99 «Методические рекомендации по отбору проб при определении концентрации вредных веществ (газов и паров) в выбросах промышленных предприятий». Для проб воздуха рабочей зоны - ГОСТ 12.1.005-88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» при установившемся технологическом режиме работы обследуемого источника выделения загрязняющих веществ в атмосферу.

Анализируемый газ отбирают в стеклянные газовые пипетки на 250-500 $см^3$ с зажимами на концах или в цельностеклянные шприцы на 50-100 $см^3$ с зажимом. Анализируемым газом промывают пипетку со скоростью 0,5-2 $дм^3$/мин в объеме, равном 7-10 кратному объему газовой пипетки, перекрывают оба зажима одновременно, выключают аспиратор и отсоединяют пипетку от системы. При отборе проб промвыбросов, находящихся под разрежением, необходимо следить за тем, чтобы в отобранную пробу не попал воздух. В процессе отбора измеряется температура и давление (разрежение) газовой пробы у пипетки или шприца.

Срок хранения проб не более 5 ч.

Допускается отбор проб в резиновые камеры.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Газовые пипетки или цельностеклянные шприцы с анализируемыми пробами предварительно выдерживают в помещении до комнатной температуры.

Ввод пробы в хроматограф осуществляют краном-дозатором не менее 3 раз. Кран-дозатор переводят в положение «отбор», подсоединяют шприц или газовую пипетку и вытесняют пробу (в объеме 20-30 $см^3$) в дозу. Объем вводимой в хроматограф пробы - 2 $см^3$. Вытеснение проб из пипеток осуществляют насыщенным раствором хлористого натрия. Затем отсоединяют шприц или газовую пипетку от крана-дозатора для выравнивания в нём давления и через 1-2 сек переводят кран-дозатор в положение «анализ». Подсоединение и отсоединение шприца (пипетки) необходимо осуществлять таким образом, чтобы в пробу не попал воздух. Для этого в шприце (пипетке) с помощью поршня (раствора хлористого натрия) следует поддерживать избыточное давление пробы.

В процессе анализа измеряют атмосферное давление (P_a, кПа) и температуру дозы (t_a,°С).

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Для каждой пробы вычисляют среднее значение площади пика для каждого компонента (В) по формуле:

$$\bar{h}_B = \frac{1}{3}\sum_{j=1}^{3} h_{Bj}, \text{ мм или ед. сч.,} \qquad (10)$$

где h_{Bj} - высота хроматографических пиков, для которых выполняется условие (4). При невыполнении условия (4) выясняют и устраняют причины, приводящие к невыполнению условия (4). После чего процедуру, описанную в разделе 9, повторяют.

Для каждой пробы вычисляют значение приведенной высоты пика $h_{B_{пр}}$ (мм или ед. сч.) по формуле (5) раздела 7.5.

Массовую концентрацию метана или оксида углерода вычисляют по формуле:

$$\bar{X} = h_{пр} K z f, \qquad (11)$$

где: К - градуировочный коэффициент, $\frac{мг}{м^3 \cdot мм}$ или $\frac{мг}{м^3 \cdot ед.сч.}$

z - поправочный коэффициент, учитывающий различия в атмосферном давлении при градуировке и при анализе. Коэффициент вычисляется по формуле:

$$z = \frac{P_{гр}}{P_a}, \qquad (12)$$

где $P_{гр}$ и P_a - атмосферное давление при градуировке и при анализе, кПа;

f - коэффициент для приведения значений массовой концентрации к температуре, соответствующей принятым нормальным условиям.

При анализе воздуха рабочей зоны f=1,00; результат измерений приведён к температуре 20°С (293 К) и давлению 101,3 кПа.

При анализе атмосферного воздуха и выбросов f=293/273=1,07 ; результат измерений приведён к температуре 0°С (273 К) и давлению 101,3 кПа.

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерения, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 4.

Таблица 4 - Значение предела воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/м^3	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами, полученными в разных лабораториях), R, %
От 2,0 до 600 вкл.	29

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

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm \Delta$, P=0,95,
где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0,23X$.

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

X – результат измерения, полученный в соответствии с прописью методики;

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

12 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

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

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений с применением образцов для контроля

Образцами для контроля являются поверочные газовые смеси.

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

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = | X_к - j\Phi_к | \qquad (13)$$

где $X_к$ - результат измерений массовой концентрации определяемого компонента в образце для контроля, мг/м^3, рассчитанный по формуле (11) методики;

$\Phi_к$ – объемная или молярная доля в образце для контроля, млн$^{-1}$;

j – коэффициент пересчета значений объемной (молярной) доли (млн$^{-1}$) в значения массовой концентрации (мг/м^3) при 20°С и 101,3 кПа.

Для метана j=0,667; для оксида углерода j= 1,165.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_л,$$

где $\pm \Delta_л$ - характеристика погрешности результатов измерений, соответствующая аттестованному значению образца для контроля. $\Delta_д = 0{,}01\delta_д j\Phi_к$. $\delta_л$- относительное значение характеристики погрешности результатов измерений.

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

Процедуру измерений признают удовлетворительной, при выполнении условия:

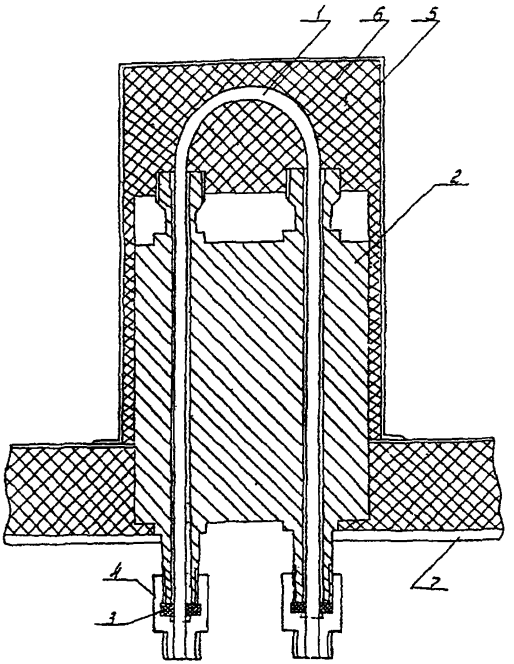
$$K_к \leq K \qquad (14)$$

При невыполнении условия (14) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (14) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

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

ПРИЛОЖЕНИЕ А

УСТАНОВКА РЕАКТОРА В ИСПАРИТЕЛЕ ХРОМАТОГРАФА



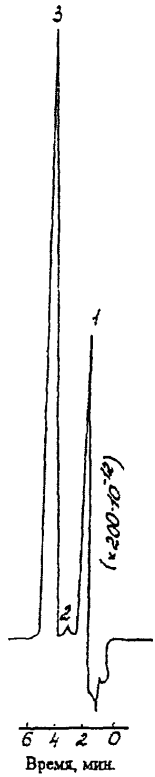
1 – реактор; 2 – испаритель; 3 – букса; 4 – штуцер;

5 – кожух испарителя; 6 – шлаковата; 7 - крышка блока-анализатора.

Рис. 1

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

ТИПОВАЯ ХРОМАТОГРАММА РАЗДЕЛЕНИЯ МЕТАНА И ОКСИДА УГЛЕРОДА В ВОЗДУХЕ

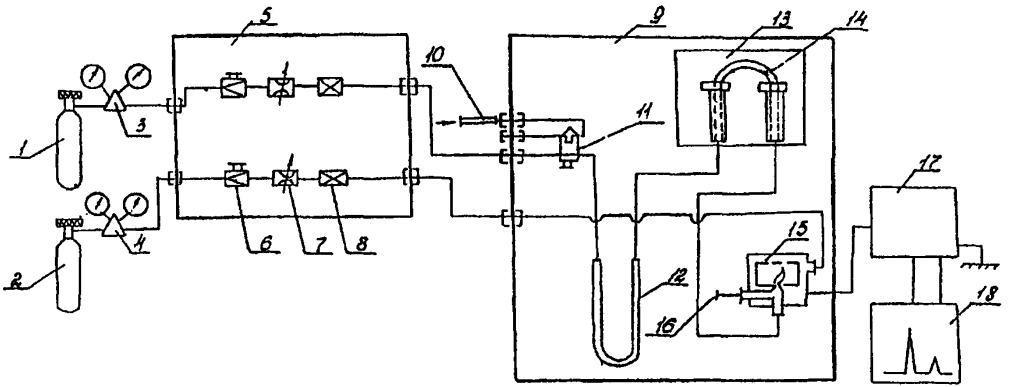


1 – воздух; 2 – метан; 3 – оксид углерода

Рис. 2

ПРИЛОЖЕНИЕ В

ПРИНЦИПИАЛЬНАЯ СХЕМА ГАЗОВОЙ ОБВЯЗКИ ХРОМАТОГРАФА



1,2 – баллоны с водородом и сжатым воздухом соответственно; 3,4 – редукторы; 5 – блок подготовки газов; 6 – регулятор давления; 7 –дроссель; 8 – фильтр; 9 – блок анализатора; 10 –патрон с аскаритом; 11 – кран-дозатор; 12 – хроматографическая колонка; 13 – испаритель; 14 – реактор; 15 – детектор; 16 – заглушка; 17 - усилитель; 18 – регистратор.

Рис. 3

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: (343)3502-117 Телефон: (343) 3502-295 E-mail: metod224@uniim.ru	Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia	Fax: (343) 3502-117 Phone: (343) 3502-295 E-mail: metod224@uniim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.02.11.045 / 2005

CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *массовых концентраций оксида углерода и метана в атмосферном воздухе, воздухе рабочей зоны и промышленных выбросах методом реакционной газовой хроматографии,*

разработанная *Казанским ПНУ «Оргнефтехимзаводы» (г. Казань),*

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. Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности, повторяемости, воспроизводимости

Диапазон измерений, мг/м^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta$, %
От 2 до 600 вкл.	4	10.5	9	23

2. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

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

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

3. Дата выдачи свидетельства 14.04.2005 г.

Зам. директора по научной работе [signature] С.В. Медведевских

gost.e-ecolog.ru