ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Федеральный [illegible] анализа и оценки техноген-[illegible] воздействия»
_____ Г.М. Цветков
_____ 2005 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА И ВЫБРОСОВ В АТМОСФЕРУ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПЫЛИ В ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ХРОМА В ПЫЛИ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 13.1.49-05

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА
2005 г.

gost.e-ecolog.ru

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений концентрации хрома в промвыбросах при массовой доле в пыли 0,03 – 2% фотометрическим методом.

1 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

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

Таблица 1 - Значения показателя точности при определении содержания пыли в промышленных выбросах при вероятности P=0,95

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

Таблица 2 – Диапазон измерений, значения показателей точности, воспроизводимости и повторяемости методики

Диапазон измерений массовой доли в пыли, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ, %
От 0,03 до 2 вкл.	6	8	16

Значения показателя точности методики используют при:

– оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;

– оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;

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

2 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

2.1 Средства измерений

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны 530 нм	
Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм	
Аспирационные устройства типа ПУ	ТУ 4215-000-11696625
Пневмометрические трубки	ГОСТ 17.2.4.06-90
Манометры	ТУ 4212-002-40001819
Колбы мерные вместимостью 100, 200, 1000 $см^3$	ГОСТ 1770-74
Пипетки градуированные вместимостью 1, 5, 10 $см^3$ 2 класса точности	ГОСТ 29227-91
ГСО с аттестованным содержанием ионов хрома (VI) и погрешностью не более 1% при P=0,95	
Весы лабораторные, например ВЛР-200	ГОСТ 24104-2001
Гири	ГОСТ 7328-2001
Реометр	ГОСТ 9932-75
Барометр-анероид	ТУ 25-11.1513
Термометры ТЦМ-9210	ТУ 4210-0021328-2997
Термометр стеклянный жидкостной (0 - 250 °С)	ГОСТ 28498-90

2.2 Вспомогательное оборудование

Трубки пылезаборные с набором наконечников	ГОСТ Р 50820-95
Фильтровальные патроны	
Патроны с тканевыми и бумажными фильтрами	
Держатель для фильтров	
Стекловолокно	ГОСТ 10727-74
Вата медицинская	ГОСТ 5556-81
Фильтры АФА	ТУ 95-743-80

Электроплитка	ГОСТ 14919-83
Трубка резиновая полувакуумная, тип 1	ГОСТ 5496-77
Сушильный шкаф, типа СНОЛ	
Муфельная печь с максимальной температурой 1000°С	
Стаканы термостойкие В-1-(50)150, 300 ТС	ГОСТ 25336-82
Эксикатор	ГОСТ 25336-82
Тигли платиновые или	ГОСТ 6563-75
Тигли корундовые	
Фильтры "синяя лента" диаметром 9, 11 см	ТУ 6-09-1678-86
Универсальная индикаторная бумага	ТУ 09-1181-86
Индикаторная бумага «конго»	ТУ 6-09-3104-79

2.3 Реактивы

Кислота уксусная, х.ч.	ГОСТ 61-75
Кислота серная, х.ч.	ГОСТ 4204-77
Калий двухромовокислый, х.ч.	ГОСТ 4220-75
Натрий тетраборнокислый 10-водный, чда	ГОСТ 4199-76
Натрий перекись, чда	ТУ 6-09-2706-79
Натрий углекислый, чда	ГОСТ 83-79
Калий углекислый, чда	ГОСТ 4221-76
Дифенилкарбазид	
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Спирт этиловый ректификованный	ГОСТ 18300-87

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

3 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Метод основан на измерении интенсивности окраски красно-фиолетового комплексного соединения, образующегося при взаимодействии шестивалентного хрома с дифенилкарбазидом. Хромовый ангидрид, содержащийся в пыли, извлекают водной вытяжкой.

Окись хрома (III) окисляют до шестивалентного хрома сплавлением со щелочным плавнем. Железо и марганец отделяют в виде гидоокисей.

Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 530 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

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

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

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

4.5 Работу на высоте следует проводить в соответствии с СНиП Ш-4-80.

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

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод и уложившегося в нормативы контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха (20±5) °С;
- атмосферное давление (84-106) кПа;
- влажность воздуха не более 80 % при t = 25°С;
- частота переменного тока (50+1) Гц;
- напряжение в сети (220±22) В.

7 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Подготовка прибора

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

7.2 Приготовление растворов

7.2.1 Приготовление 0,2% раствора дифинилкарбазида

0,2 г дифенилкарбазида помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и растворяют в 10 $см^3$ уксусной кислоты, приливают 90 $см^3$ этилового спирта и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

7.2.2 Приготовление смеси для сплавления

Натрий углекислый, калий углекислый и натрий тетраборнокислый смешивают в соотношении 1:1:1.

Перед приготовлением смеси для сплавления натрий тетраборнокислый необходимо обезводить.

7.2.3 Приготовление раствора серной кислоты (1:9)

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

7.2.4 Приготовление основного и рабочего градуировочных растворов хрома концентрацией 0,1 мг/$см^3$ и 0,01 мг/$см^3$

Основной градуировочный раствор готовят из ГСО с аттестованным содержанием ионов хрома (VI) в соответствии с прилагаемой инструкцией.

Помещают 5 $см^3$ ГСО раствора состава хрома (VI) с концентрацией 1 мг/$см^3$ в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят до метки дистиллированной водой. Концентрация основного градуировочного раствора равна 0,1 мг/$см^3$.

Срок хранения раствора 3 месяца в колбе с притертой пробкой при температуре 3-4°С.

Рабочий градуировочный раствор с концентрацией 0,01 мг/$см^3$ готовят путем разбавления основного градуировочного раствора в 10 раз.

Раствор готовят в день проведения анализа.

7.2.5 Приготовление градуировочных растворов хрома из калия двухромовокислого

При отсутствии ГСО градуировочные растворы можно приготовить из соли. Перед приготовлением растворов калий двухромовокислый перекристаллизовывают и высушивают при 180°С.

Навеску 0,2829 г двухромовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой. Полученная массовая концентрация основного градуировочного раствора по хрому равна 0,1 мг/см^3.

Раствор хранят в течение 3-х месяцев при температуре 3-4°С.

Для получения рабочего градуировочного раствора хрома 10,0 см^3 основного градуировочного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Полученная массовая концентрация рабочего градуировочного раствора хрома равна 0,01 мг/см^3. Раствор готовят в день проведения анализа.

7.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией ионов хрома от 0,01 до 0,1 мг в 100 см^3 раствора. Условия анализа, его проведение должны соответствовать п.п. 6 и 10.

В мерные колбы вместимостью 100 см^3 помещают образцы для градуировки согласно таблице 3, разбавляют до 25 см^3 дистиллированной водой, нейтрализуют разбавленной серной кислотой до переходной окраски бумажки «конго» и приступают к выполнению измерений (п.10).

Таблица 3 - Состав и количество образцов для градуировки

Номер образца	Аликвотная часть рабочего градуировочного раствора (С=0,01 мг/см^3), помещаемая в мерную колбу вместимостью 100 см^3, (см^3)	Масса ионов хрома в градуировочных растворах, мг/100 см^3
0	0	0
1	1	0,01
2	2	0,02
3	4	0,04
4	6	0,06
5	8	0,08
6	10	0,10

Анализ градуировочных образцов проводят в порядке возрастания их концентрации. Каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных. По результатам полученных измерений может быть рассчитано уравнение линейной зависимости по методу «наименьших квадратов». При построении градуировочного графика по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абцисс – массу ионов хрома в мг/100 см^3 пробы.

7.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

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

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

$$| X - C | \le 0{,}01 \cdot C \cdot 1{,}96 \cdot \sigma_{R_1},$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации ионов хрома в образце для градуировки, мг;

C – аттестованное значение массовой концентрации ионов хрома в образце для градуировки, мг;

σ_{R_1} – среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности, установленное при реализации методики в лаборатории.

Примечание. Допустимо среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\sigma_{R_1} = 0{,}84\sigma_R$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Значения σ_R приведены в таблице 2.

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

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

8 ОТБОР ПРОБ

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

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

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

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

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

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

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

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

W_r – скорость газа в газоходе, м/с.

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

$$V_p = \frac{V_r \cdot (273 + t_p) \cdot (P \pm \Delta P_r)}{(273 + t_r) \cdot (P - \Delta P_p)} , \qquad (2)$$

где t_p – температура газа у ротаметра, °С;

P – атмосферное давление, кПа;

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

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

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

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

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

9 ПОДГОТОВКА ПРОБ К АНАЛИЗУ

9.1 Подготовка пробы для определения шестивалентного хрома

Навеску пыли берут в зависимости от предполагаемого содержания хрома согласно таблице 4.

Таблица 4

Массовая доля хрома, %	Навеска, г	Объем колбы, $см^3$	Аликвота, $см^3$
Меньше 0,2	0,2	100	25
0,2-0,5	0,2	100	10
0,5-1,0	0,2	200	10
1-2	0,1	200	10

Фильтр АФА с пылью или навеску пыли помещают в стакан вместимостью 100 $см^3$, прибавляют 50 $см^3$ горячей воды, накрывают часовым стеклом и нагревают 15-20 мин. Затем горячий раствор фильтруют через два фильтра «синяя лента» диаметром 9 и 11 см, вложенных один в другой, в мерную колбу 100-200 $см^3$ (согласно табл. 4) и промывают горячей водой 10-15 раз. Содержимое колбы охлаждают, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

9.2 Подготовка пробы для определения трехвалентного хрома

Фильтр с остатками пыли после определения хрома (VI) помещают в платиновый или корундовый тигель и озоляют в муфельной печи при температуре 400-600°С. Пыль в корундовом тигле сплавляют с 4-6 г перекиси натрия при температуре 900-950°С, в платиновом – с 5-6 г смеси для сплавления при температуре 900-1000°С.

Остывший тигель со сплавом опускают в термостойкий стакан вместимостью 150-200 $см^3$, наливают 40-50 $см^3$ воды и слабо нагревают на электроплитке до полного выщелачивания расплава. Тигель вынимают, обмывают водой. К раствору прибавляют несколько капель спирта и кипятят 5-10 мин для разложения перекисных соединений.

После охлаждения раствор вместе с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 100-200 $см^3$ (согласно табл. 4), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Отфильтровывают через сухой фильтр, отбросив первые порции фильтрата.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Определение шестивалентного хрома

Аликвоту раствора (табл. 4), подготовленную по п.9.1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, нейтрализуют разбавленной серной кислотой (1:9) до переходной окраски бумажки «конго», разбавляют дистиллированной водой до 40-60 $см^3$, прибавляют 5 $см^3$ серной кислоты (1:9), 5 $см^3$ 0,2%-ного раствора дифенилкарбазида, перемешивают, доводят до метки дистиллированной водой и снова перемешивают. Оптическую плотность полученного окрашенного раствора измеряют при длине волны 530 нм в кювете с толщиной оптического слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор холостой пробы, проведенный через весь ход анализа. Концентрацию шестивалентного хрома находят по градуировочному графику.

10.2 Определение трехвалентного хрома (после перевода его в шестивалентный хром)

Аликвоту раствора (табл. 4), подготовленную по п.9.2, помещают в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, разбавляют до 50 $см^3$ дистиллированной водой и далее проводят анализ как при определении шестивалентного хрома. Концентрацию хрома находят по градуировочному графику.

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

$$V_г = V_р \cdot \tau, \qquad (3)$$

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

τ – время отбора пробы, мин.

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

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

где P – атмосферное давление, кПа;

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

t – температура газовой пробы перед аспиратором, °С.

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

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

где m_1 – увеличение массы фильтра, г;

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

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

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

11.3 Массовую долю трехвалентного или шестивалентного хрома в пыли (X, %) вычисляют по формуле:

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

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

V – общий объем раствора, см^3;

V_1 – аликвота раствора, см^3;

m – масса навески, г.

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

$$X_{ср} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \le 0{,}01 \cdot X_{ср} \cdot r, \qquad (7)$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 5.

Таблица 5 - Значения предела повторяемости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
от 0,03 до 2 вкл.	17

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

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 6.

Таблица 6 - Значения предела воспроизводимости при вероятности P=0,95

Диапазон измерений, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0,03 до 2 вкл.	22

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

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

где Δ - показатель точности методики.

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

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

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

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

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

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

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

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

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

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

Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

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

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле

$$K_к = | C_{ср} - C | \qquad (8)$$

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

C – аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = \Delta_л,$$

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

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

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_к \le K \qquad (9)$$

При невыполнении условия (9) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (9) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

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

0175

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 224.02.03.107 / 2005

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

наименование измеряемой величины; объекта и метода измерений

разработанная ФГУ «ФЦАМ МПР РОССИИ» (г. Москва)

наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

и регламентированная в ПНД Ф 13.1.49-05

обозначение и наименование документа

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

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

вид работ: метрологическая экспертиза материалов по разработке МВИ, теоретическое или экспериментальное исследование МВИ, другие виды работ

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

диапазон измерений, характеристики погрешности измерений (неопределенность измерений) и (или) характеристики составляющих погрешности (при необходимости – нормативы контроля)

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам.директора по научной работе С.В. М[illegible]

Зав.лабораторией [illegible]

Дата выдачи: 27.06.2005г.

Срок действия: –

Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская,4
тел.:(343) 350-26-18, факс. (343) 350-20-39. E-mail uniim@uniim.ru

Приложение к свидетельству № 224.02.03.107 /2005
об аттестации методики «Определение содержания пыли в промышленных выбросах. Определение массовой доли хрома в пыли фотометрическим методом»

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

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

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

Диапазон измерений, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности для вероятности P=0.95), ±δ, %
от 0.03 до 2 вкл.	6	8	16

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

Диапазон измерений, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R, %
от 0.03 до 2 вкл.	17	22

4. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

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

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

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

gost.e-ecolog.ru