НАУЧНО-ПРОИЗВОДСТВЕННАЯ И ПРОЕКТНАЯ ФИРМА

«Э К О С И С Т Е М А»

УТВЕРЖДАЮ:

Директор: _____ **Д.А.Богоявленский**

ОБЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
научно-производственная и проектная фирма «ЭКОСИСТЕМА»
САНКТ-ПЕТЕРБУРГ

М Е Т О Д И К А

выполнения измерений концентраций аэрозоля масла в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом.

М - 4

Исполнитель: _____ **Гл. специалист ТОО «Экосистема»**
Н.А.Анисенкова

Санкт-Петербург
1997 г.

gost.e-ecolog.ru

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ МЕТОДИКИ

Методика предназначена для измерения массовой концентрации аэрозоля масла в промышленных выбросах в атмосферу в диапазоне от 0,5 до 50 мг/м^3 на предприятиях, использующих минеральное масло в стабильных технологических процессах. Определению масла не мешают другие соединения, присутствующие в пробе.

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ.

Границы относительной погрешности измерений массовой концентрации масел ± 25% (при доверительной вероятности 0,95).

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЯ, РЕАКТИВЫ, МАТЕРИАЛЫ.

3.1. ***Средства измерения.***

Фотоколориметр	по ГОСТ 12083-78
Весы аналитические ВЛА-200	по ГОСТ 24104-80Е
Меры массы	по ГОСТ 7328-82Е
Секундомер, класс 3, цена деления секундной шкалы 0,2 с	по ГОСТ 5072-79Е
Барометр-анероид М-67	по ГОСТ 23696-79Е
Термометр лабораторный, шкальный ТЛ-2, цена дел. 1 ^{0} С предел 0-100 ^{0} С	по ГОСТ 215-73Е
Электроаспиратор (модель 822)	по ГОСТ 13478-75
Колбы мерные (2-50-2; 2-100-2)	по ГОСТ 1770-74Е
Пипетки (1,0; 2,0; 5,0; 10,0 см^3)	по ГОСТ 20292-74Е
Пробирки химические (15х150)	по ГОСТ 1770-74
Стаканы химические (50)	по ГОСТ 23932-79Е
Чашки выпарительные	по ГОСТ 9147-73

3.2. ***Вспомогательные устройства.***

Трубка пробоотборная	(рис. 1)
Фильтры обеззоленные “синяя лента”	по ГОСТ 12026-76
Фильтродержатели	по ТУ 95-7205-77

3.3. ***Реактивы.***

Масло индустриальное-12 (веретенное-2)	по ГОСТ 1707-51
Кислота уксусная “ледяная” х.ч.	по ГОСТ 61-75
Вода дистиллированная	по ГОСТ 6709-72

4. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ.

Метод основан на:

а) осаждении на фильтре аэрозоля масла;

б) растворении масла в уксусной кислоте;

в) разбавление водой (образование эммульсии);

г) колориметрировании. В диапозоне от 100 до 500 мкг/проба - прямое измерение, свыше 500 мкг - разбавление.

5. УСЛОВИЯ БЕЗОПАСНОГО ПРОВЕДЕНИЯ РАБОТ.

5.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.021.

5.2 Электробезопастность при работе с электроустановками по ГОСТ 2.1.019.

5.3 Организация обучения работающих безопастности труда по ГОСТ 12.0.004.

5.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

5.5 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.00588.

5.6 Работы при анализе проб газа должны выполнятся с соблюдением требований техники безопасности, регламентируемых "Основными правилами безопасной работы в химической лаборатории".

5.7 Работы, связанные с отбором проб на высоте, допускается проводить только при наличии прочных и устойчивых площадок, огражденных перилами. Обязательным является ознакомление со следующими инструкциями: "Общие правила по технике безопасности при работе в химической лаборатории", "Правила пожарной безопасности на предприятиях газовой или химической промышленности", "Правила пользования спецодеждой и предохранительными приспособлениями", "Оказание помощи при несчастных случаях".

6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К работе допускаются лица, не моложе 18 лет, прошедшие инструктаж по технике безопасности, имеющие квалификацию инженера-химика или техника-химика, имеющие опыт работы и владеющие техникой анализа, прошедшие инструктаж по правилам работы с токсичными газами.

7. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЯ АНАЛИЗИРУЕМЫХ ГАЗОВЫХ ВЫБРОСОВ

7.1. ***<u>При отборе проб</u>***

ПНД Ф 12.1.2-99

	у ротаметра	в газоходе
Температура	от 2 ^{0} С до 35 ^{0} С	от 2 ^{0} С до 50 ^{0} С
Давление	от 82,5 кПа до 106,7 кПа	от 82,5 кПа до 106,7 кПа
Влажность относительная	от 30-100%	от 30-100%

7.2. При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия (по СанПиН 2.2.4.548-96).

Температура	20 ^{0} С ± 5 ^{0} С
Давление	101,3 кПа ± 3 кПа
Относительная влажность	до 80%

8. ПОДГОТОВКА И ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ.

8.1. ***<u>Приготовление растворов.</u>***

8.1.1. Градуировочный раствор масла минерального.

Градуировочные растворы, приготовленные из различных марок минеральных масел не дают единой градуировочной зависимости. Поэтому для приготовления растворов берется масло, используемое в данном техпроцессе. Так например: при отборе проб в компрессорной или от станков, на которых используют масляную эмульсию для градуировочного раствора берется масло, используемое в данном техпроцессе; при отборе проб в термических цехах, где при закаливании горячих деталей в масляной ванне образуется конденсат масла, для градуировочного раствора берут этот конденсат. Для этого отбирают газовоздушную пробу путем пропускания увеличенных объемов воздуха через обеззоленный фильтр. Уловленное

масло экстрагируют с фильтра "ледяной" уксусной кислотой в колбочку и затем при нагревании (t не выше 80^0 С) испаряют уксусную кислоту. Растворитель для экстракции масла должен быть инертным по отношению к материалу фильтра. Оставшееся после испарения кислоты масло используют для приготовления исходного градуировочного раствора. Для этого в колбочку объемом 50,0 $см^3$ приливают примерно 20,0 $см^3$ "ледяной" уксусной кислоты, закрывают пробкой и взвешивают на аналитических весах. Затем в эту колбу прибавляют 2 капли масла и снова взвешивают. Если масло плохо растворяется, то колбу с раствором нагревают на водяной бане, затем охлаждают и доводят раствор до метки уксусной кислотой.

Для приготовления рабочего градуировочного раствора №2 с концентрацией 200 мкг/$см^3$ в колбу объемом 50,0 $см^3$ приливают нужное количество исходного раствора и доводят до метки уксусной кислотой. Погрешность приготовления растворов не превышает 2 %.

8.2. ***Построение градуировочной зависимости.***

Для построения градуировочной зависимости оптической плотности раствора от массы масла используется рабочий градуировочный раствор масла и зависимость устанавливается по 5 растворам для градуировки и 5 сериям. В пробирки приливают 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 $см^3$ рабочего раствора, что соответствует содержанию масла соответственно 100; 200; 300; 400; 500 мкг в пробе и доливают в каждую пробирку "ледяную" уксусную кислоту до общего объема 5,0 $см^3$.

Таблица 1

N раствора	1	2	3	4	5
Объем рабочего град. р-ра № 2, $см^3$	0,5	1,0	1,5	2,0	2,5
Объем уксусной к-ты, $см^3$	4,5	4,0	3,5	3,0	2,5
Масса масла в 5,0 $см^3$ градуировочного р-ра, мкг	100	200	300	400	500

Затем в каждую пробирку добавляют по 5,0 $см^3$ дистиллированной воды, закрывают пробками и перемешивают. Одновременно таким же образом готовят нулевую пробу, не содержащую определяемого вещества. Через 10 мин. содержимое пробирок фотометрируют относительно нулевой пробы при длине волны 400 нм и кювете с толщиной поглощающего слоя - 20 мм. По полученным данным строят градуировочную характеристику, которая описывается линейным уравнением:

$$D = a + вm, \qquad (1)$$

где:

D - оптическая плотность, соответствующая массе масла минерального в 5,0 $см^3$ градуировочного раствора ед.оптической плотности.

m - масса масла минерального в 5,0 $см^3$ градуировочного раствора, мкг

"а" и "в" - коэффициенты, определяемые методом наименьших квадратов по формуле:

$$a = \frac{\Sigma[mi^2]\cdot\Sigma(Di) - \Sigma[mi]\cdot\Sigma[miDi]}{n\cdot\Sigma[mi^2] - (\Sigma mi)^2} \qquad (2)$$

$$в = \frac{n\Sigma(mi\cdot Di) - \Sigma(mi)\cdot\Sigma(Di)}{n\cdot\Sigma[\ mi^2\ ] - (\Sigma mi)^2}, \qquad (3)$$

где:
Di - среднее значение оптических плотностей i- го градуировочного раствора (среднее арифметическое 5-ти определений) относительного холостой пробы.
n - количество градуировочных растворов, n=5
mi - масса масла минерального в 5,0 см^3 i-го градуировочного раствора, мкг

8.3. ***Отбор проб, их консервирование и хранение.***

Исследуемую газо-воздушную пробу отбирают с помощью пробоотборной трубки из нержавеющей стали со сменными наконечниками (для уравнивания скоростей потока газа в газоходе и аспираторе) (Рис. 1).

Трубку устанавливают в отверстие на прямолинейном участке газохода. К концу пробоотборной трубки при помощи резинового шланга встык присоединен фильтродержатель с заложенным в него обеззоленным фильтром. С другой стороны фильтродержатель присоединен к аспирационному устройству. (Рис 2). Аспирируют газо-воздушную смесь с оптимальной скоростью 20,0 дм^3/мин в течении 20 мин, соблюдая условия изокинетичности. Необходимый объемный расход ($V_г$ дм^3/мин) газа при отборе из газохода с соблюдением правила изокинетичности определяют по формуле:

$$V_г = 4{,}71 \cdot 10^{-2} \cdot d^2 \cdot W_г, \qquad (4)$$

где:
d - диаметр носика наконечника, мм
$W_г$ - скорость газа в газоходе в месте отбора, м/с.

Этот расход после прохождения газом пробоотборной трубки, фильтродержателя и шлангов изменится за счет изменения температуры, давления и при прохождении газа через ротаметр во время замера будет равен:

$$V_р = V_г (273 + t_р)(P_0 \pm \Delta P_г) / (273 + t_г)(P_0 - \Delta P_р), \qquad (5)$$

где:
$V_р$ - расход газа, приведенный к условиям ротаметра, дм^3/мин.
$t_р$ - температура у ротаметра, ^{0} С
$t_г$ - температура газа в газоходе, ^{0} С
P_0 - атмосферное давление, 101,3 кПа
$\Delta P_г$ - избыточное давление (разрежение) газа в газоходе, кПа
$\Delta P_р$ - разрежение у ротаметра, кПа

Затем фильтры складывают, так чтобы поверхность фильтра с отобранной пробой находилась внутри и помещают в небольшой полиэтиленовый пакет, который плотно закрывают. Пробу хранят не больше 7 суток. Для достоверности данных необходимо отобрать не менее 5 проб.

8.4. ***Выполнение измерений.***

В аналитической лаборатории фильтр с пробой помещают в стаканчик. В пипетку набирают 10,0 см^3 "ледяной" уксусной кислоты, которой промывают внутренние стенки пробоотборной трубки (предварительно протерев ее снаружи) в стакан с фильтром. Стаканчик накрывают часовым стеклом и ставят на песчаную баню. Нагревают до появления первых пузырьков ($\approx$ t 100^0). Одновременно таким же образом обрабатывают пустой фильтр (нулевая про- ба). Затем стаканчики с пробами снимают с плитки и охлаждают. В пробирки отбирают аликвоту от 1.0 до 5,0 см^3 пробы. Если нужно, то доводят до 5,0 см^3 "ледяной" уксусной

кислотой и прибавляют 5,0 $см^3$ дистиллированной воды, перемешивают и через 10 мин. замеряют оптическую плотность при длине волны 400 нм и кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм. Замер одной пробы проводят не менее 2-х раз. При больших содержаниях масла можно брать аликвоту от 1,0 до 5,0 $см^3$ и разводить уксусной кислотой в колбе 50,0 или 100,0 $см^3$, а дальше по методике.

9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ.

Массовую концентрацию масла минерального (С, $мг/м^3$) определяют по формуле:

$$C = 2\frac{m}{V_0}\cdot K \ , \qquad (6)$$

где:

$$m = \frac{D-a}{b} \ , \qquad (7) \qquad\qquad K = V_{раз}/\ V_a, \qquad (8)$$

где:

D - оптическая плотность раствора, измеренная относительно нулевой пробы, ед.оптической плотности.

"a" и "b" коэффициенты, найденные по формулам наименьших квадратов (2,3)

K - коэффициент, учитывающий разбавление пробы.

$V_{раз.}$ - объем раствора после разбавления, $см^3$

V_a - объем аликвоты раствора, $см^3$

V_0 - объем отобранной газо-воздушной смеси, приведенный к нормальным условиям (0^0 С; 101,3 кПа), $дм^3$

m - масса масла в 5,0 $см^3$ пробы, мкг

$$V_0 = V\frac{273(P-\Delta P)}{P_0(273\pm t)}, \qquad (9)$$

где:

V - объем газовоздушной смеси, отобранный на анализ, $дм^3$, найденный по формуле:

$$V = T\cdot W, \qquad (10)$$

T - время пропускания газа через ротаметр, мин.

W - расход газа, $дм^3$/мин

P_0 - атмосферное давление, 101,3 кПа

ΔP - разрежение газа у ротаметра, кПа

t - температура газа перед ротаметром, ^{0}С

P - атмосферное давление при отборе проб воздуха, кПа

За результат измерения принимается среднее арифметическое значение 5 проб при выполнении условия п.10.5.

10. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЯ.

10.1. ***Контроль размаха выходных сигналов фотоэлектроколориметра.***

Контролируемым параметром является относительный размах двух значений оптической плотности одной фотометрической пробы при повторном замере в течении нескольких секунд (см. п. 8.4.). Контроль осуществляется при проведении градуировки, при периодическом контроле стабильности градуировочной характеристики, а также при анализе проб. Результат контроля признается положительным при выполнении условия:

$$\frac{D_{max} - D_{min}}{D_{ср}} \cdot 100 \leq K\phi \ , \qquad (11)$$

где:
$K_ф$ - норматив контроля, %
D_{max} и D_{min} - максимальное и минимальное значение оптической плотности;
$D_{ср}$ - среднее арифметическое результатов двух измерений оптической плотности .
$K_ф = 3$ %.

10.2. ***Контроль сходимости измерений оптической плотности.***

Контролируемым параметром является относительный размах среднего значения оптической плотности в серии определений, проводимых с одним градуировочным раствором. Контроль осуществляется при построении градуировочной зависимости и контроле стабильности градуировочной характеристики. Результат контроля признается положительным при выполнении условия:

$$\frac{D_{i\,max} - D_{i\,min}}{D_i} \cdot 100 \leq Kp \ , \qquad (12)$$

где:
$K_р$ - норматив контроля, %
$D_{i\ max}$, $D_{i\ min}$ - максимальное и минимальное значение оптической плотности в серии определений для i-го градуировочного раствора.
D_i - среднее арифметическое значение оптической плотности в серии определений для i-го градуировочного раствора.
$K_р = 13$ %

10.3. ***Контроль погрешности построения градуировочной характеристики.***

При построении градуировочной зависимости результат контроля признается положительным при выполнении условия:

$$\frac{|D_i - D_{рас}|}{D_{рас}} \cdot 100 \leq K_{\ гр}, \qquad (13)$$

где:
$D_{рас}$ - оптическая плотность i-ого градуировочного раствора, полученная расчетным путем при использовании формулы (1).
D_i - среднее значение оптической плотности в одной серии градуировочного раствора.
$K_{гр} = 10$ %

10.4. ***Периодический контроль стабильности градуировочной характеристики.***

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводится не реже 1 раза в квартал, а также при смене реактивов. Контроль проводится по градуировочным растворам начала, середины и конца градуировочного графика. Также контроль проводят перед каждой серией рабочих проб. В этом случае контроль проводят по одной концентрации, значение которой приближается к определяемым величинам. Результат контроля признается положительным при выполнении условия:

$$\frac{|m_k - m_i|}{m_i} \cdot 100 \leq K_{\ ст}, \qquad (14)$$ где

$K_{ст}$ - норматив контроля, %
m_i - масса масла минерального в 5,0 $см^3$ i-го контрольного раствора (согл. таблице 1), мкг
$m_к$ - масса масла минерального в 5,0 $см^3$ i-го контрольного раствора, найденная по формуле (7), мкг
$K_{ст} = 12$ %

10.5. ***Контроль сходимости измерений массовой концентрации аэрозоля масла.***

Контролируемым параметром является относительный размах результатов параллельных определений, отнесенный к среднему арифметическому (С). Контроль проводится при выполнении каждого измерения. Результат контроля признается положительным при выполнении условий:

$$\frac{|C_{max} - C_{min}|}{C} \cdot 100 \le R_5 , \qquad (15)$$

где

C_{min} , C_{max} - минимальное и максимальное значение массовой концентрации в 5 параллельных определениях, $мг/м^3$
С - среднее арифметическое значение 5 параллельных определений, $мг/м^3$
R_5 - норматив сходимости.
$R_5 = 40$ %.

11. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ.

Результат измерения округляется до двух значащих цифр и записывается в виде (С ± 0,25 С), $мг/м^3$

Разработчик:

Главный специалист
ТОО "Экосистема"
Н.А.Анисенкова

Приложение 1

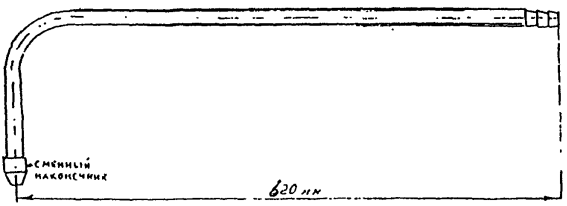

Рис. 1
Пробоотборная трубка

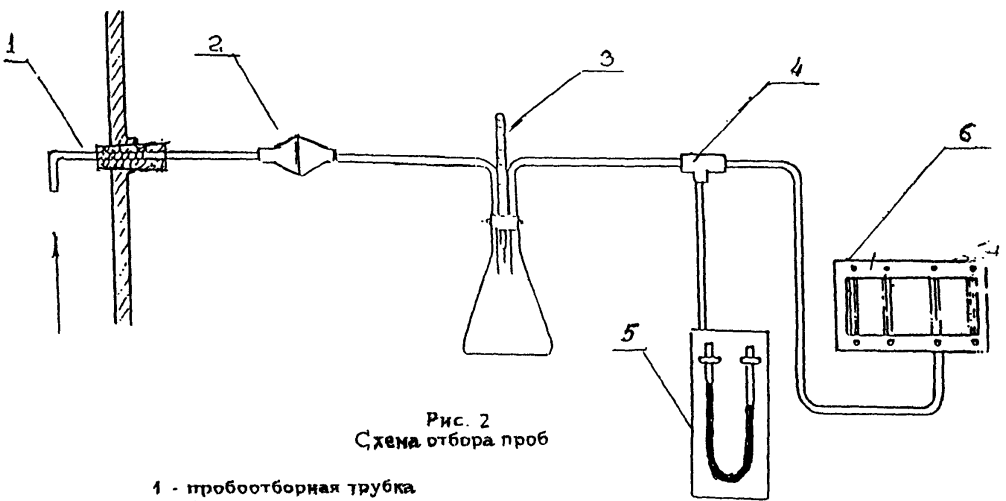

Рис. 2
Схема отбора проб

1 - пробоотборная трубка
2 - фильтродержатель
3 - термометр
4 - тройник
5 - ртутный манометр
6 - аспиратор

ООО "Научно-производственная и проектная фирма
"ЭКОСИСТЕМА"

СОГЛАСОВАНО:
Директор
НИИ Атмосфера

_____ Миляев
14 июля 2005 г.

УТВЕРЖДАЮ:
Директор
ООО НППФ «Экосистема»

_____ П.А. Богоявленский
8 июля 2005 г.

Дополнения и изменения

к «Методике выполнения измерений концентраций аэрозоля масла в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом»
М - 4

В соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений» ниже перечисленные разделы методики читать в следующей редакции:

1. Характеристики погрешности измерений

Расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата 2): **0,25 С**, где **С** – результат измерений массовой концентрации аэрозоля масла, мг/м^3.

Примечание: указанная неопределенность измерений соответствует границам относительной погрешности ± 25 % при доверительной вероятности 0.95.

10. Контроль точности результатов измерений

10.1 Проверка приемлемости выходных сигналов фотоэлектроколориметра, полученных в условиях повторяемости

Проверяемым параметром является размах двух значений оптической плотности одной пробы при повторном измерении в течение нескольких секунд (см. п. 8.4.). Проверка осуществляется при проведении градуировки, при периодической проверке градуировочной характеристики и при проведении анализов проб. Результат проверки признается приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{D_{max} - D_{min}}{D_{ср}} \times 100 \le K_{ф} \qquad (11)$$

где: $K_ф$ - норматив в относительной форме (допускаемое расхождение результатов измерений), соответствующий вероятности 0,95;

$K_{раз} = 3$ %;

D_{imax}, D_{imin} - максимальное и минимальное значения оптической плотности раствора;

$D_{ср}$ - среднее арифметическое значение результатов двух измерений оптической плотности раствора.

Если результаты измерений не удовлетворяют указанному условию, то необходимо проверить исправность прибора.

10.2. Проверка приемлемости результатов измерений оптической плотности раствора в условиях повторяемости

Проверяемым параметром является относительный размах среднего значения оптической плотности в серии определений, проводимых с одним градуировочным раствором. Проверка осуществляется при построении градуировочной зависимости и проверке градуировочной характеристики. Результат проверки признается удовлетворительным при выполнении условия:

$$\frac{D_{i\max} - D_{i\min}}{D_i} \cdot 100 \le K_p, \qquad (12)$$

где: K_p - норматив в относительной форме (допускаемое расхождение результатов измерений), соответствующий вероятности 0,95;

$K_p = 13$ %;

$D_{i\,max}$, $D_{i\,min}$ - максимальное и минимальное значения оптической плотности в серии определений для i-го градуировочного раствора;

D_i - среднее арифметическое значение оптической плотности в серии определений для i-го градуировочного раствора.

Если результаты измерений не удовлетворяют указанному условию, то необходимо проверить чистоту посуды и соответствие посуды и реактивов стандартам или техническим условиям и повторить проверку.

10.3. Проверка правильности построения градуировочной характеристики, полученной в условиях повторяемости

Проверка проводится при каждом построении градуировочной характеристики.

Градуировочная характеристика признаётся правильной при выполнении условия:

$$\frac{|D_i - D_{pac}|}{D_{pac}} \cdot 100 \le K_{гр} \qquad (13)$$

где: $K_{гр}$ – норматив в относительной форме (допускаемое расхождение результатов измерений), соответствующий вероятности 0,95;

$K_{гр} = 10$ %;

D_{pac} - оптическая плотность i- го градуировочного раствора, полученная расчетным путем при использовании формулы (1) для соответствующего значения m_i;

D_i – среднее арифметическое значение оптической плотности в одной серии градуировочного раствора.

Если результаты измерений не удовлетворяют указанному условию, то необходимо проверить чистоту посуды и соответствие посуды и реактивов стандартам или техническим условиям. Затем готовят дополнительно две серии градуировочных растворов, проводят измерения и проверяют правильность построения градуировочной характеристики.

10.4. Периодический контроль градуировочной характеристики

Контроль градуировочной характеристики проводится не реже одного раза в квартал, а так же при смене реактивов, места положения фотоэлектроколориметра. Контроль проводится по градуировочным растворам начала, середины и конца градуировочного графика. Так же контроль проводят перед каждой серией рабочих проб. В этом случае контроль проводят по одной концентрации, значение которой приближается к определяемым величинам.

Результат контроля признаётся удовлетворительным при выполнении условия:

$$\frac{|m_k - m_i|}{m_i} \times 100 \le K_{ст} \qquad (14)$$

где: $K_{ст}$ - норматив контроля в относительной форме (допустимое расхождение результата измерения с опорным значением), соответствующий вероятности 0,95;

$K_{ст} = 12\%$;

m_i - масса масла минерального в 5,0 $см^3$ i-го контрольного раствора (согласно табл.1), мкг;

m_k - масса масла минерального в 5,0 $см^3$ контрольного раствора, найденная по формуле (7), мкг.

Если результаты измерений не удовлетворяют указанному условию, то необходимо проверить чистоту посуды и соответствие посуды и реактивов стандартам или техническим условиям, затем приготовить дополнительно по два контрольных раствора и повторить контроль.

10.5. Проверка приемлемости полученных значений массовых концентраций аэрозоля масла в условиях повторяемости

Проверкой приемлемости является относительный размах результатов параллельных определений, отнесенный к среднему арифметическому значению (С). Проверка проводится при выполнении каждого измерения. Результат проверки признается удовлетворительным при выполнении условия:

$$\frac{|C_{max} - C_{min}|}{C} \times 100 \le R_5 \qquad (15)$$

где: R_5 - норматив в относительной форме, соответствующий вероятности 0,95;

$R_5 = 40\%$;

C_{min} и C_{max} - минимальное и максимальное значения массовой концентрации в 5 параллельных определениях, $мг/м^3$;

С - среднее арифметическое значение 5 параллельных определений, $мг/м^3$.

Если результаты измерений не удовлетворяют указанному условию, то необходимо проверить чистоту посуды и соответствие посуды и реактивов стандартам или техническим условиям, отбор проб и проверку повторить.

При постоянной работе рекомендуется регистрировать результаты контроля на контрольных картах, руководствуясь ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. В этом случае нормативы, указанные в МВИ, используют в качестве первоначальных пределов действия, которые затем корректируют по накопленным в лаборатории данным.

КОМИТЕТ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

D.I.MENDELEYEV INSTITUTE FOR METROLOGY
(VNIIM)

State Centre for Measuring Instrument Testing and Certification

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
"ВНИИМ им.Д.И.Менделеева"

Государственный сертификационный испытательный центр средств измерений

19 Moskovsky pr.
St.Petersburg
198005, Russia
Fax (812) 113 01 14
Phone (812) 251 76 01
(812) 259 97 59
E-mail hal@onti.vniim.spb.su

198005
Санкт-Петербург
Московский пр., 19
Факс (812) 113 01 14
Телефон (812) 251 76 01
(812) 259 97 59
Телетайп 821 788
E-mail
gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО
CERTIFICATE
OF COMPLIANCE
об аттестации МВИ
2420/42 -98

№ _____

Методика выполнения измерений массовой концентрации аэрозоля масла в промышленных выбросах в атмосферу, разработанная Научно-производственной и проектной фирмой "Экосистема" и регламентированная в М-4 "Методика выполнения измерений массовых концентраций аэрозоля масла в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом" (1997 г.), аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке МВИ и экспертизы МВИ в НИИ Атмосферы (заключение 70/33-09 от 19.01.98 г.).

В результате аттестации МВИ установлено, что МВИ соответствует предъявленным к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на оборотной стороне свидетельства.

Дата выдачи свидетельства - январь 1998 г.
Срок действия до января 2003 г.

Руководитель лаборатории
Государственных эталонов
в области аналитических измерений Л.А.Конопелько
тел.315-11-45

КОПИЯ ВЕРНА

Научно-производственная и проектная фирма «ЭКОСИСТЕМА» САНКТ-ПЕТЕРБУРГ

Метрологические характеристики МВИ:

Границы относительной погрешности измерений в диапазоне от 0,5 до 50 мг/м³ составляют ± 25 % при доверительной вероятности 0,95.

Нормативы оперативного контроля точности результатов измерений:

Контролируемая характеристика	Ссылка на пункт МВИ, регламентирующий процедуру контроля	Норматив контроля
размах выходных сигналов фотоэлектроколориметра	п.10.1	$К_ф$= 3 %
сходимость измерений оптической плотности	п.10.2	$К_р$= 13 %
погрешность построения градуировочной характеристики	п.10.3	$К_{гр}$ = 10 %
стабильность градуировочной характеристики	п.10.4	$К_р$ = 12 %
сходимость измерений массовой концентрации аэрозоля	п.10.5	R_S = 40 %

Ст. научный сотрудник Нежиховский Г.Р.

Ведущий инженер Осипова Л.В.

ГОССТАНДАРТ РОССИИ

Федеральное государственное
унитарное предприятие «Всероссийский
научно-исследовательский институт
метрологии им. Д.И.Менделеева»

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

198005, Санкт-Петербург, Московский пр., 19
Тел. 251-76-01, факс 113-01-14
e-mail info@vniim.ru, http://www.vniim.ru
ОКПО 02566450

31.03.03 № 2420/42-98

на № 40 от 21.03.03

Директору НИИ "Атмосфера"
Миляеву В.Б.

Директору ООО "НППФ Экосистема"
Богоявленскому П.А.

Настоящим снимается срок действия свидетельства № 2420/42-98 о метрологической аттестации "Методики выполнения измерений й концентрации аэрозоля масла в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом" М-4. Разработчик -·ООО "НППФ Экосистема"

Основание: письмо № 40 от 21 03.2003

Зам. директора - координатор направления
по метрологическому обеспечению
физико-химических измерений Л.А.Конопелько

Исполнитель:
Ульянова Т.С тел. 323-96-43

МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ
РЕСУРСОВ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**Научно-исследовательский
институт охраны
атмосферного воздуха
НИИ Атмосфера**

RUSSIAN FEDERATION
MINISTRY OF NATURAL RESOURCES

**Scientific Research Institute
for Atmospheric Air
Protection
SRI Atmosphere**

194021, С-Петербург,
ул. Карбышева, д.7
Тел.: (812) 2478662
Факс: (812) 2478661

194021, St.Petersburg, Russia
Karbyshev st., 7.
Phone: (812) 2478662
Fax: (812) 2478661

Исх. № 5 /33-09 от 12.01.05

О расширении области
применения МВИ

Директору ООО НПФ «Экосистема»
П.А. Богоявленскому

197342 г. Санкт-Петербург,
наб. Черной речки. д. 41

На основании проведенных исследований НИИ Атмосфера считает возможным использование «Методики выполнения измерений концентраций аэрозолей масла в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом» для определения массовой концентрации **аэрозолей растительных масел** в промышленных выбросах.

Градуировочный график должен быть построен по растительному маслу, подлежащему определению в промышленных выбросах.

Директор В.Б. Миляев

Исп. Цибульский В.В.
т./ф. (812) 2473618

КОПИЯ ВЕРНА

Общество с ограниченной ответственностью
Научно-производственная и проектная фирма
«ЭКОСИСТЕМА»
Санкт-Петербург

Градуировочный график определения массовой концентрации аэрозоля нерафинированного растительного масла (подсолнечное) в промышленных выбросах.

КФК-2, λ=400 нм, l=20 мм

№	mi, мкг	D_1	D_2	D_3	D_4	D_5	$D_{ср}$	Di	$(mi)^2$	Di·mi	Результат контроля, %	$K_р$, %	Оценка результата контроля
1	0	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03	0.03						
2	100	0.129	0.130	0.130	0.125	0.130	0.129	0.099	10000	9.9	4	10.94	удовлетворительно
3	200	0.230	0.220	0.210	0.230	0.210	0.220	0.190	40000	38.0	9	10.94	удовлетворительно
4	300	0.320	0.320	0.330	0.320	0.310	0.320	0.290	90000	87.0	6	10.94	удовлетворительно
5	400	0.430	0.405	0.410	0.430	0.400	0.415	0.385	160000	154.0	7	10.94	удовлетворительно
6	500	0.530	0.520	0.525	0.530	0.520	0.525	0.495	250000	247.5	2	10.94	удовлетворительно
n=6	Σ=1500							Σ=1.459	Σ=550000	Σ=536.4			

a=-0.00205
b=0.00098
D=0.00098m – 0.00205

Контроль сходимости измерений оптической плотности

$K_р$=13%*0,84=10,94% (P=0,90)

Контроль погрешности построения градуировочной характеристики

$K_{гр}$=10%*0,84=8,4% (P=0,90)

№	Di	$D_{расч}$	Результат контроля, %	$K_р$, %	Оценка результата контроля
2	0,099	0,096	3,1	8,4	удовлетворительно
3	0,190	0,194	2,0	8,4	удовлетворительно
4	0,290	0,292	0,7	8,4	удовлетворительно
5	0,385	0,390	1,3	8,4	удовлетворительно
6	0,495	0,488	1,4	8,4	удовлетворительно

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

Федеральное государственное унитарное предприятие "Научно-исследовательский институт охраны атмосферного воздуха" ФГУП "НИИ Атмосфера"

194021, г.Санкт-Петербург,
ул.Карбышева, 7
тел.: (812) 297-8662
факс: (812) 297-8662
E-mail: gost.e-ecolog.ru
ОКПО: 23126426 ОКОГУ: 13376
ОГРН: 1027801575724 ИНН: 7802038234

Federal State Unitary Enterprise "Scientific Research Institute of Atmospheric Air Protection" FSUE "SRI Atmosphere"

194021, St.Petersburg, Russia,
Karbyshev st, 7
Phone.: (812) 297-8662
Fax: (812) 297-8662
E-mail: gost.e-ecolog.ru

Исх. № 09-2/ 1116 от 26.10.07

На № 376 от 19.09.07

О продлении срока действия экспертного заключения на МВИ

Директору ООО НППФ «Экосистема»
П.А. Богоявленскому

197342, г. Санкт-Петербург,
наб. Черной речки, д. 41

Настоящим письмом срок действия экспертного заключения НИИ Атмосфера №70/33-09 от 19.01.1998 года на «Методику выполнения измерений концентрации аэрозолей **масла** в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом(М-4)» продлен на 5 лет до **19.01.2013** года.

И.о. директора А.Ю. Недре

Исп. Цибульский В.В.
Тел/факс (812) 2973618

КОПИЯ ВЕРНА

Общество с ограниченной ответственностью Научно-производственная и проектная фирма «ЭКОСИСТЕМА» * САНКТ-ПЕТЕРБУРГ *

НИИ АТМОСФЕРА

ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
“Научно-исследовательский институт охраны атмосферного воздуха”
ОАО “НИИ Атмосфера”

194021, г.Санкт-Петербург, ул.Карбышева, 7, тел./факс: (812) 297-86-62
E-mail: gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
ОКПО: 23126426, ОГРН: 1097847184555, ИНН/КПП: 7802474128 / 780201001

Исх. №09-2-582/12-0 от 27.09.2012 г.

На №235 от 25.09.2012 г.

Директору
ООО "Научно-производственная и проектная фирма "ЭКОСИСТЕМА"
П.А. Богоявленскому
197046, г. Санкт-Петербург,
Петровская наб., д. 4, а/я 513

О продлении срока действия
Экспертного заключения на МВИ

Настоящим письмом срок действия экспертного заключения НИИ Атмосфера № 70/33-09 от 19.01.1998 г. на «Методику выполнения измерений концентраций аэрозоля масла в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом (М-4). ФР.1.31.2011.11270» продлен до 19.01.2018 года.

Заместитель генерального директора В.А. Коплан-Дикс

gost.e-ecolog.ru

Тел/факс: (812) 380-92-41