ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ

УТВЕРЖДАЮ
И.о. директора 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 ХЛОРА В ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ В АТМОСФЕРУ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ ПО ЙОДОКРАХМАЛЬНОЙ РЕАКЦИИ

ПНД Ф 13.1.50-2006

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 2006 г.
(издание 2011 г.)

gost.e-ecolog.ru

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:

«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; факс: (495) 781-64-96
E-mail: gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения» разработчика преследуется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации.

1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации хлора в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом.

Диапазон измерений от 0,1 до 40 мг/м^3.

Определению хлора мешают окислители, выделяющие йод из йодида калия: озон, двуокись азота, двуокись хлора. Озон и двуокись азота обычно не сопутствуют хлору в газовых выбросах.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Значения показателя точности измерений[1] – расширенной относительной неопределенности измерений по настоящей методике при коэффициенте охвата 2 приведены в таблице 1. Бюджет неопределенности измерений приведен в Приложении А.

Значения показателя точности методики используют при:

– оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;

– оценке качества проведения испытаний в лаборатории;

– оценке возможности использования настоящей методики в конкретной лаборатории.

Таблица 1 – *Диапазон измерений, показатели неопределенности* измерений

Диапазон измерений,	Суммарная стандартная относительная неопределенность, u, %	Расширенная относительная неопределенность[2], U при коэффициенте хвата k = 2, %
От 0,1 до 1 включ.	12,5	25
Св. 1 до 40 включ.	11	22

[1] В соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 (п. 3.4) в качестве показателя точности измерений использованы показатели неопределенности измерений).

[2] Соответствует характеристике погрешности при доверительной вероятности P = 0,95.

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1 Средства измерений

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны 580-590 нм	
Кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм	
Весы лабораторные специального класса точности с ценой деления не более 0,1 мг, наибольшим пределом взвешивания не более 210 г	ГОСТ Р 53228-2008
Гири	ГОСТ 7328-2001
Электроаспиратор типа М-822,	ТУ 64-1-862-82
Ротаметры для измерения расхода воздуха типа М 679	ТУ 64-1-0801-256-80
Дифманометр-тягомер типа ДТмМП	ГОСТ 2405-88
Барометр	ТУ 25-04-1797-75
Термометр жидкостной лабораторный	ГОСТ 29224-91
Секундомер, класс 3, цена деления секундной шкалы 0,2 с	
Пробирки вместимостью 10 $см^3$	ГОСТ 1770-74
Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 100, 500 $см^3$	ГОСТ 1770-74
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 0,5, 1, 5, 10 $см^3$	ГОСТ 29227-91

3.2 Вспомогательные устройства

Поглотительный прибор Зайцева	ГОСТ 25336-82
Склянки Дрекселя вместимостью 200 $см^3$	ГОСТ 25336-82
Стаканы химические термостойкие вместимостью 50 $см^3$	ГОСТ 25336-82
Стаканы для взвешивания (бюксы)	ГОСТ 25336-82
Электроплитка с регулятором нагрева и закрытой спиралью	ГОСТ 14919-83
Шланги из поливинилхлорида	ГОСТ 19034-82
Газозаборная трубка с фильтровальным патроном	

Примечания.

1 Допускается использование других средств измерений утвержденных типов, обеспечивающих измерения с установленной точностью.

2 Допускается использование другого оборудования с метрологическими и техническими характеристиками, аналогичными указанным.

3 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

3.3 Реактивы

Ртуть йодистая (йодид ртути) HgI_2	
Йод	ГОСТ 4159-79
Крахмал растворимый	ГОСТ 10163-76
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Калий йодистый	ГОСТ 4232-74

Примечания.

1 Все реактивы, используемые для анализа, 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

Определение хлора основано на окислении йодида калия до свободного йода и фотометрическом определении выделившегося йода по йодокрахмальной реакции:

$$Cl_2 + 2KI \rightarrow I_2 + 2KCl$$

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

При выполнении измерений массовой концентрации хлора необходимо соблюдать следующие требования техники безопасности.

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

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

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

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

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

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

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

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, имеющий опыт работы в химической лаборатории, прошедший соответствующий инструктаж, освоивший методику и получивший удовлетворительные результаты при выполнении контроля процедуры измерений.

7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха (20 ± 10) °С;

атмосферное давление (84-106) кПа;

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

частота переменного тока (50±1) Гц;

напряжение в сети (220±22) В.

Методика применима при влажности газа 30-95%.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений хлора должны быть проведены следующие работы: отбор проб, подготовка приборов к работе, приготовление вспомогательных и градуировочных растворов, построение градуировочного графика, контроль стабильности градуировочной характеристики.

8.1 Отбор проб

Отбор проб следует проводить в соответствии с ПНД Ф 12.1.1-99 «Методические рекомендации по отбору проб при определении концентрации вредных веществ (газов и паров) в выбросах промышленных предприятий» при установившемся движении потока газа. Измерительное сечение должно располагаться на прямом участке газохода, отдаленном от источников возмущения потока: вентиляторов, дросселей, задвижек, сужений, расширений и поворотов газохода. Поток имеет ламинарный (установившийся) характер, если источники возмущения потока расположены не ближе 5-6 размеров газохода до точки отбора и не ближе 3-4 размеров газохода после точки отбора. При отсутствии прямых участков необходимой длины, допускается оборудовать точки отбора в месте, делящем выбранный участок газохода между источниками возмущения потока в соотношении 3:1 в направлении движения газа.

Перед отбором проб собирают установку, состоящую из газозаборной трубки (при отборе запыленного газа в газозаборную трубку помещают фильтр) поглотительного прибора, каплеуловителя, термометра, тягомера и аспиратора. Для соединения элементов установки используют шланги из поливинилхлорида.

Газ из газохода с помощью аспирационного устройства протягивают через газозаборную трубку, снабженную фильтром от пыли (или без него) и поглотительный прибор заполненный 4 $см^3$ поглотительного раствора. При отборе проб на прямом свету поглотительный прибор оборачивают черной бумагой. Перед аспирационным устройством устанавливают: сборник конденсата (склянка Дрекселя) для поглощения сконденсированной влаги, термометр и тягомер для измерения температуры и разрежения в линии отбора проб.

Протягивают через установку 5 дм^3 анализируемого газа с расходом 0,25 дм^3/мин в течение 20 мин.

В процессе отбора проб измеряют температуру и давление (разряжение) газа и атмосферное давление.

Отобранные пробы транспортируют к месту анализа в поглотительных приборах, соединив их вход и выход шлангами из поливинилхлорида. Пробы должны быть проанализированы в течение суток.

8.2 Подготовка прибора к работе

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

8.3 Приготовление вспомогательных растворов

8.3.1 Приготовление раствора калия йодистого с массовой долей 2,5 %

Навеску 2,5 г калия йодистого помещают в коническую колбу и растворяют в 97,5 см^3 дистиллированной воды.

Раствор применяют свежеприготовленным.

8.3.2 Приготовление раствора калия йодистого с массовой долей 10 %

Навеску 10,0 г калия йодистого помещают в коническую колбу и растворяют в 90 см^3 дистиллированной воды.

Раствор применяют свежеприготовленным.

8.3.3 Приготовление раствора крахмала с массовой долей 0,2 %

Навески 2,0 г крахмала и 10 мг йодида ртути, взятые с точностью до 0,0002 г, растворяют в стакане в небольшом количестве дистиллированной воды. Полученную суспензию медленно вливают в 1 дм^3 кипящей дистиллированной воды. Кипячение продолжают до получения прозрачного раствора.

Раствор хранят в темной склянке с пришлифованной пробкой до внешних изменений.

8.3.4 Приготовление поглотительного раствора

В термостойком стакане смешивают 100 см^3 2,5% раствора калия йодистого и 50 см^3 0,2% раствора крахмала, кипятят в течение 2-3 мин. Раствор охлаждают, разбавляют до 500 см^3 дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в склянке с пришлифованной пробкой не более 7 суток.

8.3.5 Приготовление основного градуировочного раствора йода

Навеску 1,2500 г йода, взятую с точностью до 0,0002 г, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, растворяют в 100 см^3 10% раствора калия йодистого и доводят раствор до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят в темном месте в колбе с притертой пробкой не более 3-х месяцев.

8.3.6 Приготовление рабочего градуировочного раствора йода

3,6 см^3 основного градуировочного раствора йода переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят до метки 2,5% раствором йодида калия.

Раствор содержит 17,8 мкг/см^3 йода, что соответствует 5 мкг хлора в 1 см^3. Раствор используют свежеприготовленным.

8.4 Построение градуировочного графика.

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки, соответствующие массовой концентрации хлора 0,5–8,0 мкг в 5 см^3.

В каждую мерную пробирку вместимостью 10 см^3 вносят аликвотную часть рабочего градуировочного раствора йода, доводят объем до 2,5 см^3 2,5% раствором йодида калия и добавляют по 2,5 см^3 поглотительного раствора, перемешивают.

Состав и количество образцов для градуировки приведены в таблице 2.

Условия анализа должны соответствовать п.7.

Измеряют оптическую плотность стандартных растворов по отношению к раствору сравнения в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны λ=580 нм (для спектрофотометра) и λ=590 нм (для фотоэлектроколориметра).

В качестве раствора сравнения используют поглотительный раствор.

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных.

По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс количество хлора в мкг, а по оси ординат – значения оптической плотности соответствующих образцов для градуировки. Градуировочный график строят по средним значениям из 5 результатов измерений для каждого образца.

Таблица 2 - Состав и количество образцов для градуировки

Номер образца	Аликвотная часть рабочего градуировочного раствора йода, помещенная в мерные пробирки вместимостью 10 $см^3$, $см^3$	Объем 2,5%-ного раствора калия йодистого, $см^3$	Объем поглотительного раствора, $см^3$	Массовая концентрация хлора, мкг/5 $см^3$
1	0,0	2,5	2,5	0,0
2	0,1	2,4	2,5	0,5
3	0,2	2,3	2,5	1,0
4	0,4	2,1	2,5	2,0
5	0,8	1,7	2,5	4,0
6	1,2	1,3	2,5	6,0
7	1,6	0,9	2,5	8,0

8.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в три месяца, а также при смене любого из реактивов, после ремонта или поверки фотоэлектроколориметра или спектрофотометра. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2).

Измеряют оптическую плотность (не менее 5 замеров) и находят среднее арифметическое полученных значений.

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

$$| X - C | \leq 0{,}01 \cdot C \cdot K_{гр.}, \qquad (1)$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации хлора в образце для градуировки, мкг;

C – аттестованное значение массовой концентрации хлора в образце для градуировки, мкг;

$K_{гр.}$ – градуировочный коэффициент.

Значение $K_{гр.}$ составляет для диапазона определяемых концентраций, мкг:

- от 0,5 до 2 вкл. – 17%;
- от 2 до 8 вкл. – 15%.

Примечание.

Допустимо значения градуировочных коэффициентов устанавливать в лаборатории при накоплении статистических данных при условии, что они не превышают значений, приведенных выше.

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 ее нестабильности и повторяют контроль с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Поглотительный прибор после отбора выдерживают при комнатной температуре не менее 30 минут.

После отбора пробы, содержание поглотительного прибора (V = 4 см^3) переливают в пробирку, поглотительный прибор промывают ~ 1 см^3 поглотительного раствора и доводят объем в пробирках до 5 см^3 поглотительным раствором.

При содержании хлора более 1,6 мг/м^3 содержимое поглотительного прибора количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, промывая поглотительный сосуд поглотительным раствором, доводят им до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность растворов по отношению к раствору сравнения в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны λ=580 нм (для спектрофотометра) и λ=590 нм (для фотоэлектроколориметра). В качестве раствора сравнения используют поглотительный раствор.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Приведение отобранного объема газа к нормальным условиям

Объем отобранной пробы газа приводят к нормальным условиям (0°С, 101,3 КПа) по формуле:

$$V_0 = V\frac{273\times(P-P_p)}{101{,}3\times(273+t_p)}, \qquad (2)$$

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

V – объем газа, отобранного на анализ при условиях отбора пробы, дм^3;

P – атмосферное давление во время отбора пробы, кПа;

P_p – избыточное давление (разрежение) газа перед ротаметром, кПа;

t_p – температура газа перед ротаметром,°С.

10.2 Обработка результатов измерений

Содержание хлора, X (мг/м^3) в анализируемом газе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{X'}{V_0} \qquad (3)$$

При содержании хлора более 1,6 мг/м^3 по формуле:

$$X = \frac{X'}{V_0} \cdot \frac{100}{4}, \qquad (4)$$

где X' - количество хлора, найденное по градуировочному графику, мкг;

V_0 – объем газа, отобранного на анализ, приведенный к нормальным условиям, дм^3.

10.3 Оценка приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости (сходимости)

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 определяемых концентраций, мг/м^3	Предел повторяемости r, %
От 0,1 до 1 включ.	17
Св. 1 до 40 включ.	14

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm 0{,}01 \cdot U \cdot X$, мг/м^3,

где X – результат измерений массовой концентрации, установленный по п.10.2, мг/м^3;

U – значение показателя точности измерений (расширенная неопределенность измерений с коэффициентом охвата 2).

Значение U приведено в таблице 1.

Допускается результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X \pm 0{,}01 \cdot U_л \cdot X$, мг/м^3, P=0,95, при условии $U_л < U$, где $U_л$ - значение показателя точности измерений (расширенной неопределенности с коэффициентом охвата 2), установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

Примечание.

При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

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

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

12 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

12.1 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.

Ответственность за организацию проведения контроля стабильности результатов анализа возлагают на лицо, ответственное за систему качества в лаборатории.

Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

12.2 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием образцов для контроля

Анализируют образец для контроля, приготовленный с использованием вещества гарантированной чистоты. Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_K = X - C, \qquad (5)$$

где X–результат анализа;

C–аттестованное значение хлора в образце для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = 2\sigma_{I(TOE)}, \qquad (6)$$

где $\sigma_{I(TOE)}$ - стандартное отклонение промежуточной прецизионности, соответствующие массовой концентрации хлора в образце для контроля, мкг.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_к| \le |K|, \qquad (7)$$

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

При невыполнении условия (7) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(информационное)

Таблица А.1 – Бюджет неопределенности измерений

Источник неопределенности	Оценка типа	Стандартная относительная неопределенность[3], %	
		(0,1 - 1) мг/м^3	(св. 1 - 40) мг/м^3
Измерение объема газа при отборе пробы, u_1	В	5,0	5,0
Измерение давления при отборе пробы, u_2	В	0,06	0,06
Измерение температуры при отборе пробы, u_3	В	0,1	0,1
Степень чистоты реактивов и дистиллированной воды, u_4	В	1,0	1,0
Приготовление градуировочных растворов, u_5	В	2,5	2,5
Построение градуировочного графика, u_6	В	8,5	7,5
Подготовка проб к анализу, u_7	В	2,0	1,8
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, u_r	А	7,0	5,0
Суммарная стандартная относительная неопределенность, u_c		12,5	11
Расширенная относительная неопределенность, ($U_{отн.}$) при k = 2 , %		25	22

Примечания.
1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений.
2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.

[3] Соответствует характеристике относительной погрешности при доверительной вероятности P = 0,95.

000214

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
(Росстандарт)
Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)
Государственный научный метрологический институт

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 222.0071/01.00258/2011

Методика измерений массовой концентрации хлора в промышленных выбросах в
наименование методики (метода), включая наименование измеряемой величины, и, при необходимости,
атмосферу фотометрическим методом по йодокрахмальной реакции,
объекта измерений, дополнительных параметров и реализуемый способ измерений

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

разработанная ФБУ "ФЦАО", 125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д.11, стр.1,
наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику (метод)

и содержащаяся в ПНД Ф 13.1.50-06 "Методика измерений массовой концентрации хлора
обозначение и наименование документа, содержащего методику (метод), год утверждения, число страниц
в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом по йодокрахмальной

реакции", издание 2011г., на 16 листах.

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с ФЗ № 102 "Об обеспечении единства измерений" и ГОСТ Р 8.563-2009.

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

В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод)
нормативно-правовой документ в области обеспечения единства измерений (при наличии) и ГОСТ Р 8.563
измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л.

Зам. директора по научной работе С.В.Медведевских

Зав. лабораторией О.В. Кочергина

Дата выдачи 05.03.2011

Рекомендуемый срок [illegible]
методики (метода) [illegible]

Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. [illegible]
Тел.: (343) 350-26-18, факс (343) 350-20-39. E-mail: [illegible]@uniim.ru

ЕТРОН

ПРИЛОЖЕНИЕ
к свидетельству № 222.0071/01.00258/2011 об аттестации
регистрационный номер

методики измерений массовой концентрации хлора в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом по йодокрахмальной реакции
на 1 листе

1 Показатели точности измерений[1] и предел повторяемости приведены в таблице 1

Таблица 1

Диапазон измерений, мг/м^3	Суммарная стандартная относительная неопределенность, u_c, %	Расширенная относительная неопределенность[2], U, при коэффициенте охвата k = 2, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений, при P=0,95), r, %
От 0,1 до 1 включ.	12,5	25	17
Св. 1 до 40 включ.	11	22	14

2 Бюджет неопределенности измерений приведен в таблице 2

Таблица 2

Источник неопределенности	Оценка типа	Стандартная относительная неопределенность, %	
		(0,1 – 1) мг/м^3	(1 – 40) мг/м^3
Измерение объема газа при отборе пробы, u_1	B	5,0	5,0
Измерение давления при отборе пробы, u_2	B	0,06	0,06
Измерение температуры при отборе пробы, u_3	B	0,1	0,1
Степень чистоты реактивов и дистиллированной воды, u_4	B	1,0	1,0
Приготовление градуировочных растворов, u_5	B	2,5	2,5
Построение градуировочного графика, u_6	B	8,5	7,5
Подготовка проб к анализу, u_7	B	2,0	1,8
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, u_r	A	7,0	5,0
Суммарная стандартная относительная неопределенность, u_c, %		12,5	11
Расширенная относительная неопределенность, U, при k = 2, %		25	22

Примечания:
1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений.
2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.

Зав. лабораторией 222 Кочергина О.В. Кочергина

Дата выдачи: 05.03.2011 г.

gost.e-ecolog.ru

[1] В соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 (п. 3.4) в качестве показателя точности измерений использованы показатели неопределенности измерений.
[2] Соответствует характеристике относительной погрешности при доверительной вероятности P= 0,95.