МИНИСТЕРСТВО ПРИРОДНЫХ РЕСУРСОВ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

УТВЕРЖДАЮ
Директор ФГУ «Центр экологического контроля и анализа»
_____ Г.М. Цветков
"22" 08 2003 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА И ВЫБРОСОВ В АТМОСФЕРУ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ФТОРИСТОГО ВОДОРОДА В ПРОБАХ ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСОВ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 13.1.45-03

(ФР.1.31.2007.03827)

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

МОСКВА 2003 г.
(издание 2008 г.)

gost.e-ecolog.ru

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена ФГУ «Федеральный научно-методический центр анализа и мониторинга окружающей среды МПР России» (ФГУ «ФЦАМ МПР России»).

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящая методика предназначена для определения массовой концентрации фтористого водорода в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом.

Диапазон измерений массовой концентрации фтористого водорода от 0,03 до 50 мг/м^3. Возможно применение методики при аварийных выбросах с концентрацией до 2000 мг/м^3.

Определению фтористого водорода не мешает десятикратный избыток сульфат-, сульфит-, карбонат-, бикарбонат- ионов и пятикратный избыток фосфат-ионов.

Мешающее влияние ионов алюминия устраняют в процессе отбора проб, устанавливая перед поглотительными приборами патрон с фильтром.

1 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

1.1 Методика выполнения измерений обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Таблица 1 - Диапазон измерений, относительные значения показателей точности, воспроизводимости и повторяемости методики

Диапазон измерений, мг/м^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности* (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta$, %
От 0,03 до 50 вкл.	8	19	25

*Соответствует относительной расширенной неопределенности с коэффициентом охвата k = 2

2.2 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 измерения

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны 580-620 нм	
Кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 и 50 мм	
Весы лабораторные общего назначения, например ВЛР-200	ГОСТ 24104-2001
Гири	ГОСТ 7328-2001
Электроаспиратор	ТУ 25-11-1414-78
Реометр с градуированной диафрагмой	
Вакуумметр	ГОСТ 27758-88
Термометр лабораторный, диапазон измерений 0-250°С	ГОСТ 13646-68
Барометр-анероид	ТУ 2504-1797-75
Секундомер, класс 3, цена деления секундной шкалы 0,2 с	
Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 50, 100, 500, 1000 $см^3$	ГОСТ 1770-74
Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$	ГОСТ 29227-91
ГСО с аттестованным содержанием фторид–ионов 1 $мг/см^3$ с погрешностью не более 1% при Р=0,95	

2.2 Вспомогательные устройства, посуда

Поглотительный прибор Рихтера	ТУ 25-11-1136-75
Ловушки для капель	
Патрон для внутренней фильтрации из полиэтилена или фторопласта	
Патронодержатель	
Пробоотборные трубки из меди, фторопласта и полиэтилена	
Обогреваемый патрон	
Волокно фторин	
Фторопластовая стружка, ширина 0,5 мм, толщина не более 0,1 мм	
Фильтры обеззоленные «белая лента»	ТУ 6-09-1678-86
Водяная баня с регулятором температуры любого типа	

Стаканы химические термостойкие	ГОСТ 25336-82
Стаканы для взвешивания (бюксы)	ГОСТ 25336-82
Воронки конусообразные диаметром 35 мм	ГОСТ 25336-82

2.3 Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Ализаринкомплексон	ТУ 6-09-4547-77
Кислота уксусная (ледяная)	ГОСТ 61-75
Глицерин	ГОСТ 6259-75
Натрий уксуснокислый (ацетат натрия)	ГОСТ 199-78
Натрий фтористый	ГОСТ 4463-76
Аммиак, 25% раствор	ГОСТ 3760-79
Лантан азотнокислый 6-водный	ТУ 6-09-4676-78
Этиленгликоль	ГОСТ 6367-52

Примечания.

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

2 Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации «хч» или «чда».

3 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Метод основан на фазовом разделении фтористых соединений при прокачивании газового потока последовательно через патрон с фильтром из фторопластовой стружки и через поглотительные приборы с водой или поглотительным раствором (если отбор производится при отрицательных температурах).

Для определения содержания газообразных фторидов растворы из поглотительных приборов анализируют фотометрическим методом, заключающимся во взаимодействии пурпурного ализаринкомплексоната лантана с фторид-ионами, в результате чего образуется соединение синего цвета. Интенсивность окраски последнего измеряют при длине волны 580-620 нм.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При выполнении измерений массовой концентрации фтористого водорода 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 Работы на высоте следует проводить в соответствии с СНиП III - 4-80.

При отборе проб все исполнители должны быть проинструктированы по условиям безопасной работы на предприятии.

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 в процессе тренировки и уложившегося в нормативы при выполнении процедур контроля погрешности.

6 УСЛОВИЯ 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 температуре 25°С;
частота переменного тока	(50±1) Гц;
напряжение в сети	(220±22) В.

7 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Подготовка прибора

Подготовку спектрофотометра или фотоэлектроколориметра к работе и оптимизацию условий измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

7.2 Приготовление растворов

7.2.1 Приготовление 0,0167 моль/дм³ раствора ализаринкомплексона

0,643 г ализаринкомплексона помещают в стакан емкостью 50 см³, добавляют 1 см³ аммиака водного, затем добавляют примерно 40 см³ дистиллированной воды, растворяют и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³. Раствор со стенок стакана смывают водой и также переносят в мерную колбу. Далее добавляют 1 см³ уксусной кислоты, быстро перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор отфильтровывают в сухую колбу.

Если при приготовлении раствора после добавления уксусной кислоты выпадает заметный осадок, в смешанный реактив вводят более 20 см³ индикатора. Этот объем находят экспериментально (см. Приложение 2).

Раствор хранят в плотно закрытой посуде в темном месте не более четырех месяцев.

7.2.2 Приготовление 0,0167 моль/дм³ раствора лантана азотнокислого

0,72 г лантана азотнокислого помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения 6 месяцев.

7.2.3 Приготовление ацетатного буферного раствора, pH=4,5

60 г уксуснокислого натрия растворяют в 500 см³ дистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, приливают 35 см³ ледяной уксусной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения 2 месяца.

7.2.4 Приготовление смешанного реактива

В мерную колбу вместимостью 1 дм³ последовательно вносят при перемешивании после добавления каждого реактива 700 см³ глицерина, 160 см³ буферного раствора, 20 см³ раствора ализаринкомплексона, 20 см³ раствора азотнокислого лантана и доводят раствор до метки дистиллированной водой. Через сутки раствор готов для использования. Раствор хранят в темном месте. Срок хранения 6 месяцев.

7.2.5 Приготовление основного градуировочного раствора фторид-ионов с концентрацией 0,1 мг/см^3

В качестве основного градуировочного раствора используют ГСО с аттестованным содержанием фторид-ионов 1 мг/см^3. Раствор готовят в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией.

1 см^3 раствора должен содержать 0,1 мг фторид-иона.

Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения 3 месяца.

7.2.6 Приготовление рабочих градуировочных растворов фторид-ионов с концентрацией 0,01 и 0,001 мг/см^3

Растворы готовят путем разбавления основного градуировочного раствора. Помещают соответственно 10 см^3 и 1 см^3 в мерные колбы вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

Примечание. При отсутствии ГСО допускается приготовление градуировочных растворов из соли фторида натрия.

Основной раствор: 0,0442 г фторида натрия помещают в мерную колбу вместимостью 200 см^3, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды и доводят до метки дистиллированной водой. В 1 см^3 содержится 0,1 мг фторид-иона.

Для приготовления рабочих градуировочных растворов с концентрацией 0,01 мг/см^3 и 0,001 мг/см^3 основной раствор соответственно разбавляют в 10 и 100 раз. Растворы хранят в полиэтиленовой посуде.

Срок хранения раствора с концентрацией 0,01 мг/см^3 - 1 неделя, раствор с концентрацией 0,001 мг/см^3 используют свежеприготовленный.

7.3 Построение градуировочных графиков

Для построения градуировочных графиков необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией фторид-ионов 0,001–0,035 мг в 50 см^3. Для этого в мерные колбы емкостью 50 см^3 вводят пипеткой аликвоты градуировочных растворов согласно табл.2, добавляют по 15 см^3 смешанного раствора (п.7.2.4), доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают. Оставляют на 30 мин в темном месте и затем фотометрируют. Растворы содержащие от 0,001 до 0,005 мг фторид-ионов - в кювете с толщиной оптического слоя 50 мм, растворы содержащие от 0,005 до 0,035 мг фторид-ионов - в кювете с толщиной оптического слоя 10 мм в диапазоне длин волн 580-620 нм. Раствором сравнения служит смешанный раствор.

Условия анализа должны соответствовать п.6.

Таблица 2 - Состав и количество образцов для градуировки

Номер образца	Аликвотная часть рабочего град. раствора С=0,001 мг/см^3, см^3	Аликвотная часть рабочего град. раствора С=0,01 мг/см^3, см^3	Массовая концентрация фторид-ионов в градуировочных растворах, мг/50 см^3
1	0	0	0
2	1,0		0,001
3	2,0		0,002
4	3,0		0,003
5	4,0		0,004
6	5,0	0, 5	0,005
7		1,0	0,01
8		2,0	0,02
9		3,0	0,03
10		3,5	0,035

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 полученным результатам строят два градуировочных графика. Один для концентраций от 0,001 до 0,005 мг/50 см^3, другой – от 0,005 до 0,035 мг/50 см^3, откладывая на оси абсцисс концентрацию фторид-ионов (мг), а на оси ординат – значения оптической плотности соответствующих градуировочных растворов. Градуировочную зависимость строят по средним значениям из 5 результатов измерений.

Возможен расчет линейной зависимости по методу наименьших квадратов.

7.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Градуировочную зависимость оптической плотности растворов от массы фторид-ионов проверяют не реже одного раза в три месяца, а также при смене любого из реактивов или замене фотоэлектроколориметра или спектрофотометра. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2).

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

$$|X - C| \le 0{,}01 * C * K_{гр},$$

где X – результат контрольного измерения содержания фторид-ионов в образце для градуировки, мг;

C – аттестованное содержание массовой концентрации фторид-ионов в образце для градуировки, мг;

$K_{гр}$– норматив оперативного контроля градуировочной характеристики при P=0,95 ($K_{гр}$=10 %).

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.

8 ОТБОР ПРОБ

Отбор проб следует проводить в соответствии с ГОСТ Р 50820-95 «Оборудование газоочистное и пылеулавливающее. Методы определения запыленности газопылевых потоков» и 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 технологическом режиме работы обследуемого источника выделения загрязняющих веществ в атмосферу.

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

Собирают установку согласно схеме (Приложение 1, рис.1), состоящую из фильтровального патрона, соединенного с пробоотборной трубкой, трех поглотительных приборов Рихтера, содержащих по 15-20 см^3 дистиллированной воды, ловушки и реометра. Чтобы исключить поглощение фтористого водорода резиновым шлангом, поглотительные приборы, пробоотборная трубка и ловушка соединяются встык. Патроны предварительно набивают фторопластовой стружкой, а затем вставляют тампон из волокна фторин таким образом, чтобы при прокачивании воздуха с расходом 12-16 дм^3/мин сопротивление патрона составляло 10,6-13,3 кПа. Проверяют герметичность собранной схемы следующим образом: до ввода патрона с патронодержателем в газоход устанавливают расход газа 2-5 дм^3/мин по реометру, закрывают носик патрона; если через некоторое время пузырьки воздуха в поглотителях перестанут выделяться, система герметична. Устанавливают разряжение в системе 13,3-26,6 кПа.

Для сухих газов с температурой менее 80^0С используют полиэтиленовые патроны, более 80^0С – фторопластовые патроны.

Фильтровальный патрон с патронодержателем помещают в газоход так, чтобы входное отверстие патрона располагалось по ходу газа (в этом случае в патрон попадает меньше пыли). В течение отбора пробы расход газа, разряжение у реометра поддерживают постоянными с помощью зажима, установленного перед реометром.

При отборе проб фтористого водорода из влажных газов используют обогреваемый патрон. Подогрев применяется для предотвращения поглощения фтористого водорода влагой, конденсирующейся в патроне. Расход газа при отборе 0,5-2,5 $дм^3$/мин и разряжение 3,3-26,6 кПа. Температура внутри патрона должна быть 160-180^0С.

Для отбора проб при отрицательных температурах вместо воды в качестве поглотительного раствора применяют 60%-ый раствор глицерина или 50%-ый раствор этиленгликоля (температура замерзания -40^0С).

По окончании отбора отсоединяют поглотительные приборы, которые закрывают заглушками для предотвращения попадания фтористого водорода из наружного воздуха.

В процессе отбора проб фиксируют расход газа по шкале реометра, разряжение у реометра, температуру газа у реометра, давление газа и атмосферное давление.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Растворы из поглотительных приборов количественно переносят в мерные колбы вместимостью 100 $см^3$. Поглотительные приборы не менее трех раз промывают небольшими порциями дистиллированной воды, промывные воды собирают в те же мерные колбы. Доводят объем растворов дистиллированной водой до метки и перемешивают.

В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ отбирают аликвоты растворов, приливают 15 $см^3$ смешанного раствора, доводят до метки дистиллированной водой. Через 30 мин фотометрируют, как описано в п. 7.3.

Если содержание фторид-ионов в пробе меньше 0,005 мг, то в каждый поглотительный прибор добавляют 5 $см^3$ смешанного раствора. После перемешивания растворов в поглотительных приборах растворы переносят в колбу вместимостью 50 $см^3$. Поглотительные приборы промывают небольшими порциями воды, которую подсоединяют к раствору в колбе, доводят до метки дистиллированной водой. Через 30 мин его фотометрируют как описано выше.

При отборе проб с помощью поглотительных растворов, содержащих глицерин или этиленгликоль, в раствор сравнения необходимо ввести такой же объем поглотительного раствора, какой содержится в аликвотной части. Этот объем ($V_г$, $см^3$) можно рассчитать следующим образом:

$$V_r = \frac{V_1 \cdot V_2}{V},$$

где V_1 – объем поглотительного раствора, используемый для отбора проб (обычно 15-20 см^3);

V_2 – аликвота раствора, см^3;

V – общий объем раствора пробы, см^3.

10 ОБРАБОТКА (ВЫЧИСЛЕНИЕ) РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Приведение отобранного объема газа к нормальным условиям

Объем отобранной пробы газа (V_o, дм^3) к нормальным условиям приводят по формуле:

$$V_0 = V \cdot \tau \cdot \frac{273 \cdot (P \pm \Delta P)}{101{,}3 \cdot (273 + t)},$$

где V – объемный расход по шкале реометра, дм^3/мин;

τ – время отбора пробы, мин;

P – атмосферное давление во время отбора пробы, кПа (мм рт.ст.);

ΔP – избыточное давление (разрежение), кПа (мм рт.ст.);

t – температура газа у реометра,°С.

10.2 Расчет результатов анализа

Масса фтористого водорода в отобранной пробе (m, мг):

$$m = \frac{1{,}05 \cdot a \cdot V}{V_1},$$

где a – масса фторид-ионов, найденная по градуировочному графику, мг;

V – общий объем пробы, см^3;

V_1 – аликвота раствора, см^3;

1,05 – коэффициент пересчета массы фторид-ионов на массу фтористого водорода.

Массовая концентрация фтористого водорода в газе (X, мг/м^3):

$$X = \frac{m \cdot 1000}{V_o}$$

За результат измерения содержания фтористого водорода в пробе принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений аликвоты поглотительного раствора, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости. Значения

предела повторяемости (r) для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 3.

При превышении предела повторяемости (r) для принятия решения о получении других результатов и оценки их приемлемости в условиях повторяемости необходимо руководствоваться п. 5.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Таблица 3 - Диапазон измерений, значения пределов повторяемости при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений, мг/м^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
от 0,03 до 50,0 вкл.	22

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения $\overline{X}$ в документах, выдаваемых лабораторией, может быть представлен в виде:

$\overline{X} \pm \Delta$, P=0,95, Δ - характеристика погрешности, мг/м^3;

$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{X}$

Значения δ приведены в таблице 1.

Допустимо представлять результат в виде:

$\overline{X} \pm \Delta л$, P=0,95, при условии $\Delta л < \Delta$,

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

12 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

12.1 Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

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

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

12.2 Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием образцов для контроля.

12.2.1 Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К.

12.2.2 Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = | \overline{X} - C |$$

где $\overline{X}$ - результат контрольного измерения содержания фтористого водорода в образце для контроля -среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости r.

Значение r приведено в таблице 3.

С - аттестованное значение образца для контроля.

В качестве образца для контроля используют раствор, аттестованный по процедуре приготовления и представляющий собой поглотительный раствор с введенным в него ГСО определяемого компонента.

12.2.3 Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

$$К = \Delta_л$$

где $\Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики, соответствующее аттестованному значению образца для контроля.

12.2.4 Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным, при выполнении условия:

$$К_К \leq К$$

При невыполнении данного условия эксперимент повторяют. При повторном невыполнении - выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

12.3 Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Приложение А

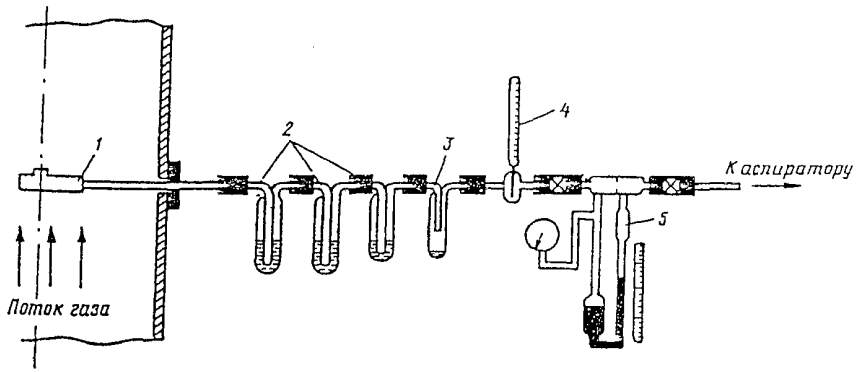

Рис. 1

Схема отбора проб

1 –фильтрующий патрон; 2 –поглотители; 3 – ловушка;
4 – термометр; 5 – реометр с вакуумметром.

Приложение Б

Расчет количества индикатора для введения в смешанный раствор при приготовлении раствора ализаринкомплексона.

Для определения объема индикатора готовят серию смешанных растворов с постоянным количеством глицерина (35 $см^3$), буферного раствора (8 $см^3$), раствора азотнокислого лантана (1 $см^3$) и переменным количеством ализаринкомплексона (0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5; 3,0 $см^3$) и доводят дистиллированной водой до 50 $см^3$ (серия X). В мерные колбы вместимостью 50 $см^3$ помещают 20 $см^3$ стандартного раствора с концентрацией 0,001 мг/$см^3$, что соответствует 0,02 мг фторид-иона, 15 $см^3$ приготовленных смешанных растворов серии X, и доводят растворы до метки дистиллированной водой (серия Y). Подобным образом готовят соответствующие растворы сравнения, не содержащие фторид-иона. Оптическую плотность раствора серии Y измеряют в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм при длине волны 580-620 нм.

Полученные данные используют для построения кривой насыщения: по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абцисс – объем раствора индикатора ($см^3$). Находят отношение объема раствора индикатора к взятому объему раствора азотнокислого лантана, при котором наблюдается максимальное значение оптической плотности. Значение отношений покажет, во сколько раз больше нужно взять объем индикатора.

1940

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

Государственный научный метрологический центр

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 223.1.02.03.43/2008

Методика выполнения измерений массовой концентрации фтористого водорода в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом,

наименование измеряемой величины; объекта и метода измерений

разработанная ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия»,

наименование организации (предприятия), разработавшей МВИ

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.

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе С.В. Медведевских

Зав. лабораторией

Дата выдачи: 09.07.2008 г.

Срок действия:

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

METRON

Приложение к свидетельству № 223.1.02.03.43/2008
об аттестации методики выполнения измерений
массовой концентрации фтористого водорода в промышленных выбросах
в атмосферу фотометрическим методом

1 Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности и повторяемости

Диапазон измерений, мг/м^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r,%	Показатель правильности[1] (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности[2] (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta$, %
от 0,03 до 50 включ.	8	19	25

2 Диапазон измерений, значения предела повторяемости при доверительной вероятности P=0.95

Диапазон измерений, мг/м^3	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %
от 0,03 до 50 включ.	22

3 Норматив контроля стабильности градуировочной характеристики составляет 0.10 С, где С – установленное по процедуре приготовления значение массовой концентрации определяемого компонента в образце для градуировки.

4 При реализации методики в лаборатории обеспечивают:
- оперативный контроль процедуры измерений;
- контроль стабильности результатов измерений.

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

Оперативный контроль и контроль стабильности результатов измерений проводят с использованием поглотительных растворов с введенными в них добавками ГСО определяемого компонента.

Старший научный сотрудник лаборатории 223 ФГУП «УНИИМ» — О.В. Кочергина

[1] Оценка показателя правильности проведена расчетным способом, путем количественного учета факторов, формирующих систематическую погрешность методики выполнения измерений. При выполнении расчетов было учтено значение относительной погрешности используемых средств отбора проб (7%).

[2] Соответствует относительной расширенной неопределенности с коэффициентом охвата k=2

gost.e-ecolog.ru