



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ  
И АТОМНОМУ НАДЗОРУ**

**Федеральное государственное унитарное  
предприятие «Научно-исследовательский  
институт охраны атмосферного воздуха»  
ФГУП «НИИ Атмосфера»**

**Federal State Unitary Enterprise  
«Scientific Research Institute  
of Atmospheric Air Protection»  
FSUE «SRI Atmosphere»**

194021, С.-Петербург  
ул. Карбышева, 7  
Тел.: (812) 2478662  
Факс: (812) 2478661  
Электронная почта: [milyaev@peterlink.ru](mailto:milyaev@peterlink.ru)  
[moroz@main.mgo.rssi.ru](mailto:moroz@main.mgo.rssi.ru)

194021, St.-Petersburg, Russia  
Karbyshev st, 7  
Phone: (812) 2478662  
Fax: (812) 2478661  
E-mail: [milyaev@peterlink.ru](mailto:milyaev@peterlink.ru)  
[moroz@main.mgo.rssi.ru](mailto:moroz@main.mgo.rssi.ru)

**УТВЕРЖДАЮ:**

Директор

ФГУП «НИИ Атмосфера»



В.Б. Миляев

21 февраля 2006 года

**Дополнения и изменения**

**к «Методике газохроматографического измерения массовой концентрации  
сложных эфиров (этилацетата, пропилацетата, бутилацетата, этилбутирата,  
изоамилацетата) в промышленных выбросах с использованием универсального  
одноразового пробоотборника»**

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

**I. Характеристики погрешности измерений**

Расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата 2):  $0,20 X$ .

где  $X$  – результат измерений массовой концентрации определяемых веществ,  $mg/m^3$ .

*Примечание: указанная неопределенность измерений соответствует границам относительной погрешности  $\pm 20\%$  при доверительной вероятности 0,95.*

**II. Контроль точности результатов измерений**

II.1 Проверка приемлемости выходных сигналов хроматографа, полученных в условиях повторяемости

Контролируемым параметром является размах выходных сигналов хроматографа при вводах трех параллельных проб градуировочного раствора или экстракта. Проверку осуществляют при проведении градуировки, при периодической проверке градуировочных коэффициентов, а также при выполнении измерений.

Результат проверки признаётся приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{S_{\max} - S_{\min}}{\bar{S}} \cdot 100 \leq d_{\text{н}} \quad (11)$$

где:

$S_{\max}$  - максимальная площадь хроматографического пика, мм<sup>2</sup>;

$S_{\min}$  - минимальная площадь хроматографического пика, мм<sup>2</sup>;

$\bar{S}$  - среднее арифметическое значение площадей пиков при вводе трех параллельных проб градуировочного раствора или экстракта, мм<sup>2</sup>;

$d_{\text{н}}$  - норматив в относительной форме (допускаемое расхождение результатов измерений), соответствующий вероятности 0,95;

$d_{\text{н}} = 10 \%$ .

### 11.2 Проверка приемлемости градуировочной характеристики, полученной в условиях повторяемости

Контролируемым параметром является размах градуировочных коэффициентов относительно средневзвешенного значения. Градуировочная характеристика признаётся приемлемой при выполнении условия:

$$\frac{K_{\max} - K_{\min}}{\bar{K}} \cdot 100 \leq d_{\text{к}} \quad (12)$$

где:

$d_{\text{к}}$  - норматив контроля в относительной форме, %;

$d_{\text{к}} = 15 \%$ .

Проверку проводят каждый раз при построении градуировочной зависимости.

Если условие (12) не выполняется, то проводят повторную градуировку прибора (см. также Приложение 1).

### 11.3 Периодический контроль градуировочной характеристики

Контроль проводят не реже одного раза в квартал, а также при смене колонки, промывке детектора и т.п. Частота контроля может быть увеличена при большой интенсивности работы прибора. Контроль проводят по растворам, приготовленным в соответствии с п.7.3. Используют два раствора, в которых массовые концентрации определяемых веществ находятся в начале и конце рабочего диапазона. Каждый раствор вводят в хроматограф три раза. Обработку результатов проводят в соответствии с п. 10.

Результаты контроля считают положительными при выполнении условия:

$$\frac{K_g - K}{K} \cdot 100 \leq d_g \quad (13)$$

где  $K$  - ранее установленное значение градуировочного коэффициента;

$K_g$  - вычисляют по формуле  $K_g = \frac{H_g}{C_g}$

где:  $H_g$  - среднее значение площади пика определяемого вещества (мм<sup>2</sup>) в используемом при контроле  $g$ -ом растворе с массовой концентрацией  $C_g$  (мг/см<sup>3</sup>);  
 $g=1, 2$ ;



$K_g$  - норматив контроля в относительной форме (допустимое расхождение результата измерения с опорным значением), соответствующий вероятности 0,95;

$K_g = 15 \%$ .

При отрицательных результатах контроля необходимо провести градуировку прибора в соответствии с п. 7.3.

При построении градуировочной характеристики в соответствии с Приложением 1 контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по Приложению 1.

#### 10.4. Контроль приемлемости и правильности результатов измерений массовой концентрации определяемых веществ

Контроль осуществляется на этапе освоения методики и периодически, либо по требованию организации, которая контролирует лабораторию, применяющую настоящую методику.

Контроль осуществляют путём анализа модельной смеси, приготовленной на аттестованном в установленном порядке термодиффузионном генераторе, укомплектованном источниками микропотока ИБЯЛ. 419319.013 ТУ-95. Концентрация определяемых веществ в смеси должна находиться в диапазоне МВИ и устанавливается с относительной погрешностью не более  $\pm 8 \%$ . При контроле проводят отбор и анализ (при одинаковых условиях) двух параллельных проб. Измерения и обработка результатов проводятся в соответствии с п.п. 9,10 методики. Результаты контроля считают положительными при выполнении условий:

$$\begin{aligned} |X_{izm1} - X_{izm2}| / 0.5(X_{izm1} + X_{izm2}) \cdot 100 < K_k \\ \frac{|X_{nom} - X_{izm}|}{X_{nom}} \cdot 100 \leq K_o \end{aligned}$$

где:

$X_{izm}$ ,  $X_{nom}$  - соответственно измеренное и заданное значения концентраций;

$K_k$  - норматив контроля в относительной форме (допустимое расхождение результатов измерений), соответствующий вероятности 0,95;

$K_k = 20 \%$ ;

$K_o$  - норматив контроля в относительной форме (допустимое расхождение результата измерения с опорным значением), соответствующий вероятности 0,95;

$K_o = 20 \%$ .

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.