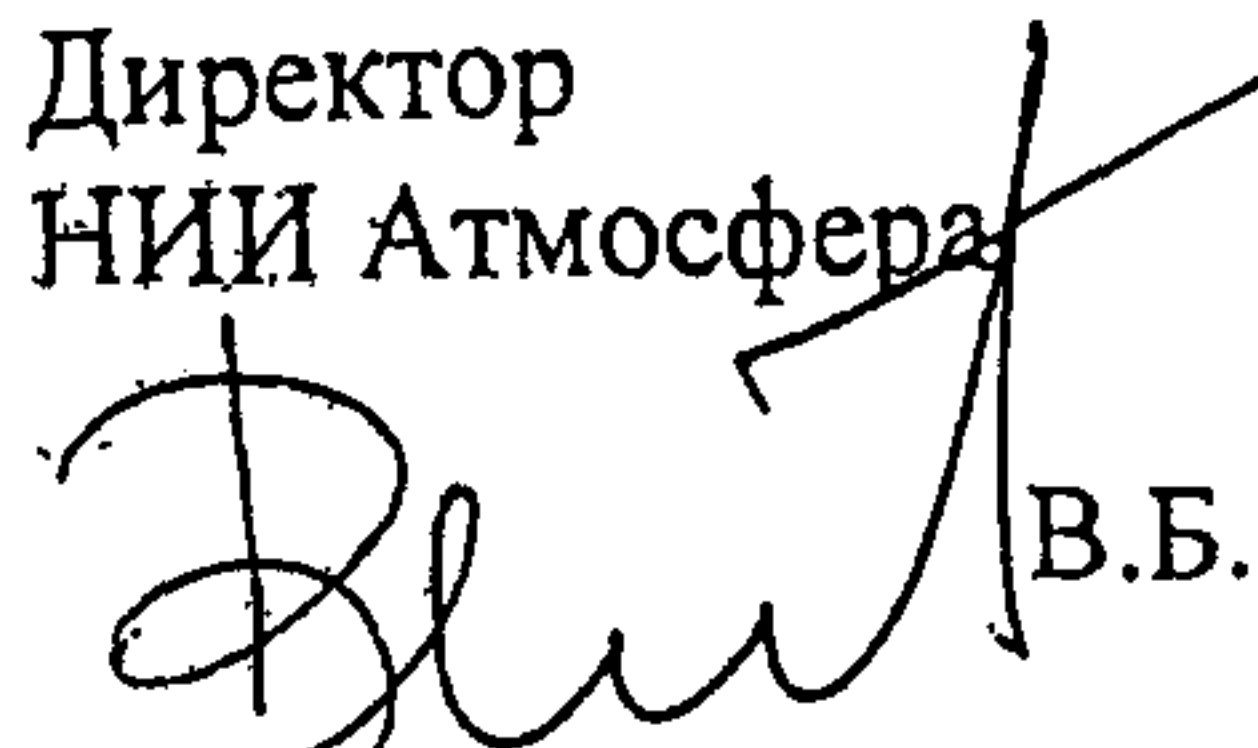


ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ
И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

Научно-исследовательский институт охраны атмосферного воздуха
НИИ Атмосфера

УТВЕРЖДАЮ:

Директор
НИИ Атмосфера

 В.Б. Миляев
6 июня 2005 г.

дополнения и изменения

к «Методике выполнения измерений массовой концентрации диоксида серы в
отходящих газах от котельных, ТЭЦ, ГРЭС»
ПНД Ф 13.1.3-97

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

1. Характеристики погрешности измерений

Расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата 2): $0,25 C$, где C – результат измерений массовой концентрации диоксида серы, $мг/м^3$.

Примечание: указанная неопределенность измерений соответствует границам относительной погрешности $\pm 25\%$ при доверительной вероятности 0,95

Стандартное отклонение повторяемости результатов измерений массовой концентрации диоксида серы (выраженное в относительной форме) $\sigma_r = 5,7\%$

11. Контроль точности результатов измерений

11.1. Проверка приемлемости (контроль сходимости) результатов титрования, полученных в условиях повторяемости.

Проверку осуществляют при анализе проб по величине размаха между двумя результатами параллельных титрований одной пробы.

Результат проверки признаётся приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{|V_1 - V_2|}{\bar{V}} \cdot 100 \leq d \quad (11.1)$$

где: V_1 и V_2 – объем раствора титранта, пошедший на титрование аликвоты пробы, $см^3$;

\bar{V} – среднее арифметическое значение результатов титрования, $см^3$;

d – норматив контроля в относительной форме (допустимое расхождение результатов титрования), соответствующий вероятности 0,95;

$d = 5\%$.

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

11.2. Проверка приемлемости (контроль сходимости) и правильности (погрешности) результатов измерений в условиях повторяемости

Проверка (контроль) осуществляется на этапе освоения методики, либо по требованию организации, которая контролирует лабораторию, применяющую настоящую методику.

Контроль осуществляется путем анализа ГСО состава газовой смеси SO₂ в N₂. При контроле проводится параллельный отбор и анализ двух проб. Измерение и обработка результатов проводятся в соответствии с п.8, 9 методики.

Результат проверки признаётся приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{|C_1 - C_2|}{C_{cp}} \times 100 \leq d_{\text{н}} \quad (11.2)$$

где: C_{cp} - среднее значение концентрации, мг/м³;

C_1, C_2 - результаты двух параллельных измерений, мг/м³;

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

$$d_{\text{н}} = 16\%.$$

Результат проверки признаётся правильным при выполнении условия:

$$\frac{|C_{\text{гсо}} - C_{cp}|}{C_{\text{гсо}}} \times 100 \leq K \quad (11.3)$$

где: $C_{\text{гсо}}$ - массовая концентрация SO₂, согласно паспорта ГСО;

C_{cp} - среднее значение результатов двух параллельных измерений, мг/м³;

K - норматив контроля в относительной форме (допустимое расхождение среднего значения результатов двух параллельных измерений с опорным значением), соответствующий вероятности 0,95;

$$K = 20\%.$$

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

При постоянной работе рекомендуется регистрировать результаты контроля на контрольных картах (карта средних значений для \bar{C}_i), 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.



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

18.03.2001 № 2420-12 9/4
на № 178/33-09 от 05.03.02

Директору Научно-
исследовательского института
охраны атмосферного воздуха
НИИ Атмосфера
Миляеву В.Б.

На № 178/133-09 от 05.03.02

Настоящим письмом снимается ограничение срока действия ниже перечисленных свидетельств о метрологической аттестации методик выполнения измерений:

- № 2420/788-96/0782 от 23.12.96 (Методика хроматографического измерения концентрации бензина, уайт-спирита и сольвента в промышленных выбросах с использованием одноразового пробоотборника),
- № 2420/789-96/0783 от 23.12.96 (Методика газохроматографического измерения концентрации ацетона, этанола, бутанола, толуола, этилацетата, бутилацетата, изоамилацетата, этилцеллозольва, и циклогексанона в промышленных выбросах с использованием универсального одноразового пробоотборника)
- № 2420/790-96/0784 от 23.12.96 (Методика газохроматографического измерения концентрации бензола, толуола, ксилолов и стирола в промышленных выбросах с использованием универсального одноразового пробоотборника),
- № 2420/282-97/0282 от 18.04.97 (МВИ определения диоксида серы в промышленных выбросах в атмосферу от котельных, ТЭЦ, ГРЭС и других топливосжигающих агрегатов),
- № 2420/281-97/0281 от 18.04.97 (Методика выполнения измерений концентрации суммы окислов азота в организованных выбросах котельных, ТЭЦ и ГРЭС),
- № 2420/78-97/078 от 30.01.97 (Методика хроматографического измерения массовой концентрации керосина в промышленных выбросах с использованием универсального одноразового пробоотборника),
- № 2420/280-97/0280 от 18.04.97 (Методика выполнения измерений концентрации оксида углерода от источников сжигания органического топлива газохроматографическим методом),
- № 2420/58-97 от 22.12.97 (Методика выполнения измерений массовой концентрации марганца и его соединений в источниках загрязнения атмосферы фотометрическим методом)

Зам. директора-координатор направления
по метрологическому обеспечению в области
физико-химических измерений

А. Конопелько