

ПНД Ф 13.1.49-05

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА И ВЫБРОСОВ В АТМОСФЕРУ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ПЫЛИ В ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ХРОМА В ПЫЛИ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

УТВЕРЖДАЮ

Директор ФГУ "Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия" Г.М.Цветков 27 июля 2005 г.

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений концентрации хрома в промвыбросах при массовой доле в пыли 0,03-2% фотометрическим методом.

1 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблицах 1 и 2.

Таблица 1 - Значения показателя точности при определении содержания пыли в промышленных выбросах при вероятности $p = 0,95$

Показатель точности (граница относительной погрешности), $\pm \delta$, %
25

Таблица 2 - Диапазон измерений, значения показателей точности, воспроизводимости и повторяемости методики

Диапазон измерений массовой доли в пыли, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности $p = 0,95$), $\pm \delta$, %
От 0,03 до 2 вкл.	6	8	16

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 измерений

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны 530 нм

Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм

Аспирационные устройства типа ПУ

ТУ 4215-000-11696625

Пневмометрические трубки

ГОСТ 17.2.4.06-90

Манометры

ТУ 4212-002-40001819

Колбы мерные вместимостью 100, 200, 1000 см³

ГОСТ 1770-74

Пипетки градуированные вместимостью 1, 5, 10 см³ 2 класса точности

ГОСТ 29227-91

ГСО с аттестованным содержанием ионов хрома (VI) и погрешностью не более 1% при $p = 0,95$

Весы лабораторные, например ВЛР-200

ГОСТ 24104-2001

Гири

ГОСТ 7328-2001

Реометр

ГОСТ 9932-75

Барометр-анероид

ТУ 25-11.1513

Термометры ТЦМ-9210

ТУ 4210-0021328-2997*

Термометр стеклянный жидкостной (0-250°C)

ГОСТ 28498-90

* Документ в информационных продуктах не содержится. За информацией о документе Вы можете обратиться в Службу поддержки пользователей. - Примечание изготовителя базы данных.

2.2 Вспомогательное оборудование

Трубки пылезаборные с набором наконечников

ГОСТ Р 50820-95

Фильтровальные патроны

Патроны с тканевыми и бумажными фильтрами

Держатель для фильтров

Стекловолокно

ГОСТ 10727-74

Вата медицинская

ГОСТ 5556-81

Фильтры АФА

ТУ 95-743-80

Электроплитка

ГОСТ 14919-83

Трубка резиновая полувакуумная, тип 1

ГОСТ 5496-77*

* Вероятно, ошибка оригинала. Следует читать: ГОСТ 5496-78. - Примечание изготовителя базы данных.

Сушильный шкаф, типа СНОЛ

Муфельная печь с максимальной температурой 1000°C

Стаканы термостойкие В-1-(50)150,300 ТС

ГОСТ 25336-82

Эксикатор

ГОСТ 25336-82

Тигли платиновые или

ГОСТ 6563-75

Тигли корундовые

Фильтры "синяя лента" диаметром 9, 11 см

ТУ 6-09-1678-86

Универсальная индикаторная бумага	ТУ 09-1181-86
Индикаторная бумага "конго"	ТУ 6-09-3104-79

2.3 Реактивы

Кислота уксусная, х.ч.	ГОСТ 61-75
Кислота серная, х.ч.	ГОСТ 4204-77
Калий двуххромовокислый, х.ч.	ГОСТ 4220-75
Натрий тетраборнокислый 10-водный, ч.д.а.	ГОСТ 4199-76
Натрий перекись, ч.д.а.	ТУ 6-09-2706-79
Натрий углекислый, ч.д.а.	ГОСТ 83-79
Калий углекислый, ч.д.а.	ГОСТ 4221-76
Дифенилкарбазид	
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Спирт этиловый ректифицированный	ГОСТ 18300-87

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

3 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Метод основан на измерении интенсивности окраски красно-фиолетового комплексного соединения, образующегося при взаимодействии шестивалентного хрома с дифенилкарбазидом. Хромовый ангидрид, содержащийся в пыли, извлекают водной вытяжкой.

Оксид хрома (III) окисляют до шестивалентного хрома сплавлением со щелочным плавнем. Железо и марганец отделяют в виде гидроокисей.

Оптическую плотность раствора измеряют при длине волны 530 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

4.1 При выполнении измерений 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 Работу на высоте следует проводить в соответствии с СНиП III-4-80.

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

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 и уложившегося в нормативы контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление $(84-106)$ кПа;
- влажность воздуха не более 80% при $t = 25^\circ\text{C}$;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц;
- напряжение в сети (220 ± 22) В.

7 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Подготовка прибора

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

7.2 Приготовление растворов

7.2.1 Приготовление 0,2% раствора дифенилкарбазида

0,2 г дифенилкарбазида помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и растворяют в 10 см³ уксусной кислоты, приливают 90 см³ этилового спирта и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

7.2.2 Приготовление смеси для сплавления

Натрий углекислый, калий углекислый и натрий тетраборнокислый смешивают в соотношении 1:1:1.

Перед приготовлением смеси для сплавления натрий тетраборнокислый необходимо обезводить.

7.2.3 Приготовление раствора серной кислоты (1:9)

Для приготовления раствора одну часть концентрированной серной кислоты ($\rho = 1,84$ г/см³) осторожно, при перемешивании приливают к девяти частям дистиллированной воды. Раствор готовят в термостойкой посуде. Срок хранения раствора не ограничен.

7.2.4 Приготовление основного и рабочего градуировочных растворов хрома концентрацией 0,1 мг/см³ и 0,01 мг/см³

Основной градуировочный раствор готовят из ГСО с аттестованным содержанием ионов хрома (VI) в соответствии с прилагаемой инструкцией.

Помещают 5 см³ ГСО раствора состава хрома (VI) с концентрацией 1 мг/см³ в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Концентрация основного градуировочного раствора равна 0,1 мг/см³.

Срок хранения раствора 3 месяца в колбе с притертой пробкой при температуре 3-4°C.

Рабочий градуировочный раствор с концентрацией 0,01 мг/см³ готовят путем разбавления основного градуировочного раствора в 10 раз.

Раствор готовят в день проведения анализа.

7.2.5 Приготовление градуировочных растворов хрома из калия двухромовокислого

При отсутствии ГСО градуировочные растворы можно приготовить из соли. Перед приготовлением растворов калий двухромовокислый перекристаллизовывают и высушивают при 180°C.

Навеску 0,2829 г двухромовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Полученная массовая концентрация основного градуировочного раствора по хрому равна 0,1 мг/см³.

Раствор хранят в течение 3-х месяцев при температуре 3-4°C.

Для получения рабочего градуировочного раствора хрома 10,0 см³ основного градуировочного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

Полученная массовая концентрация рабочего градуировочного раствора хрома равна 0,01 мг/см³. Раствор готовят в день проведения анализа.

7.3 Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки с массовой концентрацией ионов хрома от 0,01 до 0,1 мг в 100 см³ раствора. Условия анализа, его проведение должны соответствовать п.п.6 и 10.

В мерные колбы вместимостью 100 см³ помещают образцы для градуировки согласно таблице 3, разбавляют до 25 см³ дистиллированной водой, нейтрализуют разбавленной серной кислотой до переходной окраски бумажки "конго" и приступают к выполнению измерений (п.10).

Таблица 3 - Состав и количество образцов для градуировки

Номер образца	Аликвотная часть рабочего градуировочного раствора ($C = 0,01$ мг/см ³), помещаемая в мерную колбу вместимостью 100 см ³ , (см ³)	Масса ионов хрома в градуировочных растворах, мг/100 см ³
0	0	0
1	1	0,01
2	2	0,02
3	4	0,04
4	6	0,06
5	8	0,08
6	10	0,10

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 результатам полученных измерений может быть рассчитано уравнение линейной зависимости по методу "наименьших квадратов". При построении градуировочного графика по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс - массу ионов хрома в мг/100 см³ пробы.

7.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в месяц или при смене реактивов. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 3).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки

следующего условия:

$$|X - C| \leq 0,01 \cdot C \cdot 1,96 \cdot \sigma_{R_x},$$

где X - результат контрольного измерения массовой концентрации ионов хрома в образце для градуировки, мг;
 C - аттестованное значение массовой концентрации ионов хрома в образце для градуировки, мг;

σ_{R_x} - среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности, установленное при реализации методики в лаборатории.

Примечание. Допустимо среднеквадратическое отклонение внутрилабораторной прецизионности при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\sigma_{R_x} = 0,84 \sigma_R$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Значения σ_R приведены в таблице 2.

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 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 и измерение параметров газопылевых потоков проводят в соответствии с требованиями ГОСТ Р 50820-95 "Оборудование газоочистное и пылеулавливающее. Методы определения запыленности газопылевых потоков" и ПНД Ф 12.1.2-99 "Методические рекомендации при определении концентраций взвешенных частиц (пыли) в выбросах промышленных предприятий" при установившемся технологическом режиме работы обследуемого оборудования.

Место отбора выбирают на прямолинейных, предпочтительнее вертикальных участках газохода, в которых крупные фракции пыли не оседают на стенках газохода под воздействием силы тяжести. Участок должен быть на достаточном удалении от задвижек, дросселей, диффузоров, колен и вентиляторов. К стенке газохода приваривается штуцер с отверстием по размеру пробоотборной (пылезаборной) трубки.

Отбор проб осуществляется при фиксированном расходе газа, обеспечивающем условия изокINETичности во входном сечении пылезаборного устройства.

При определении запыленности газа методом внешней фильтрации в качестве пылеуловителя применяют патрон с гильзой из фильтровальной бумаги, с тканевым фильтром или фильтр типа АФА. Для предотвращения конденсации влаги патрон снабжают теплоизоляцией.

При определении запыленности газов с высоким исходным содержанием влаги (температура точки росы более 200°C) применяют метод внутренней фильтрации.

Необходимый объемный расход (V_r , дм³/мин) газа при отборе из газохода с соблюдением правила изокINETического отбора определяют по формуле:

$$V_r = \frac{3,14 \cdot d \cdot 10^{-4} \cdot W_r \cdot 10 \cdot 60}{4} = 4,71 \cdot 10^{-2} \cdot d^2 \cdot W_r, \quad (1)$$

где d - диаметр сменного наконечника (от 3 до 10 мм);

W_r - скорость газа в газоходе, м/с.

После прохождения газа через всю пробоотборную систему его объем (V_p , дм³/мин) изменяется за счёт изменения температуры и сопротивления у ротаметра. Объемный расход газа, проходящий через ротаметр, рассчитывают по формуле:

$$V_p = \frac{V_r \cdot (273 + t_p) \cdot (P \pm \Delta P_r)}{(273 + t_r) \cdot (P - \Delta P_p)}, \quad (2)$$

где t_p - температура газа у ротаметра, °С;

p - атмосферное давление, кПа;

ΔP_r - избыточное давление (+), разрежение (-) в газоходе, кПа;

t_r - температура газа в газоходе, °С;

ΔP_p - разрежение у ротаметра, кПа.

Продолжительность отбора пробы устанавливают в зависимости от запыленности газа, производительности аспирационного устройства и типа пылеуловителя.

После удаления фильтров пробоотборную трубку прочищают тонкой проволокой с узелком на конце. Пыль, вычищенную из трубки, необходимо собрать и взвесить, чтобы в дальнейшем ввести поправку при расчете запыленности. Вынутый из патрона бумажный фильтр с пылью закрывают так, чтобы пыль из него не могла высыпаться. Перед взвешиванием фильтр выдерживают в эксикаторе не менее 2-3 часов.

9 ПОДГОТОВКА ПРОБ К АНАЛИЗУ

9.1 Подготовка пробы для определения шестивалентного хрома

Навеску пыли берут в зависимости от предполагаемого содержания хрома согласно таблице 4.

Таблица 4

Массовая доля хрома, %	Навеска, г	Объем колбы, см ³	Аликвота, см ³
Меньше 0,2	0,2	100	25
0,2-0,5	0,2	100	10
0,5-1,0	0,2	200	10
1-2	0,1	200	10

Фильтр АФА с пылью или навеску пыли помещают в стакан вместимостью 100 см³, прибавляют 50 см³ горячей воды, накрывают часовым стеклом и нагревают 15-20 мин. Затем горячий раствор фильтруют через два фильтра "синяя лента" диаметром 9 и 11 см, вложенных один в другой, в мерную колбу 100-200 см³ (согласно табл.4) и промывают горячей водой 10-15 раз. Содержимое колбы охлаждают, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

9.2 Подготовка пробы для определения трехвалентного хрома

Фильтр с остатками пыли после определения хрома (VI) помещают в платиновый или корундовый тигель и изоляют в муфельной печи при температуре 400-600°С. Пыль в корундовом тигле сплавляют с 4-6 г перекиси натрия при температуре 900-950°С, в платиновом - с 5-6 г смеси для сплавления при температуре 900-1000°С.

Остывший тигель со сплавом опускают в термостойкий стакан вместимостью 150-200 см³, наливают 40-50 см³ воды и слабо нагревают на электроплитке до полного выщелачивания расплава. Тигель вынимают, обмывают водой. К раствору прибавляют несколько капель спирта и кипятят 5-10 мин для разложения

перекисных соединений.

После охлаждения раствор вместе с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 100-200 см³ (согласно табл.4), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. Отфильтровывают через сухой фильтр, отбросив первые порции фильтрата.

10 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Определение шестивалентного хрома

Аликвоту раствора (табл.4), подготовленную по п.9.1, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, нейтрализуют разбавленной серной кислотой (1:9) до переходной окраски бумажки "конго", разбавляют дистиллированной водой до 40-60 см³, прибавляют 5 см³ серной кислоты (1:9), 5 см³ 0,2%-ного раствора дифенилкарбазида, перемешивают, доводят до метки дистиллированной водой и снова перемешивают. Оптическую плотность полученного окрашенного раствора измеряют при длине волны 530 нм в кювете с толщиной оптического слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор холостой пробы, проведенный через весь ход анализа. Концентрацию шестивалентного хрома находят по градуировочному графику.

10.2 Определение трехвалентного хрома (после перевода его в шестивалентный хром)

Аликвоту раствора (табл.4), подготовленную по п.9.2, помещают в мерную колбу вместимостью 100 см³, разбавляют до 50 см³ дистиллированной водой и далее проводят анализ как при определении шестивалентного хрома. Концентрацию хрома находят по градуировочному графику.

11 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

11.1 Объем отобранной пробы газа (V_x , дм³) вычисляют по формуле:

$$V_x = V_p \cdot \tau, \quad (3)$$

где V_p - объемный расход газа, проходящий через ротаметр, дм³/мин;

τ - время отбора пробы, мин.

Объем отобранной пробы газа, приведенный к нормальным условиям, (V_0 , дм³) находят по формуле:

$$V_0 = \frac{273 \cdot V_x (P \pm \Delta P_p)}{101,3 \cdot (273 + t)}, \quad (4)$$

где P - атмосферное давление, кПа;

ΔP_p - разрежение (-), избыточное давление (+) перед аспиратором, кПа;

t - температура газовой пробы перед аспиратором, °C.

11.2 Концентрацию пыли (B , г/м³) в газовом потоке при нормальных условиях определяют по формуле:

$$B = \frac{(m_1 \pm a + b)}{V_0} \cdot 1000, \quad (5)^*$$

где m_1 - увеличение массы фильтра, г,

a - изменение массы пустого (контрольного) фильтра, при повторном взвешивании, г;

V_0 - объем отобранного газа, приведенный к нормальным условиям, дм³;

b - количество пыли, осевшей в пробоотборной трубке, г.

* Формула и экспликация к ней соответствуют оригиналу. - Примечание изготовителя базы данных.

11.3 Массовую долю трехвалентного или шестивалентного хрома в пыли (X , %) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{y \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1}, \quad (6)$$

где y - масса хрома, найденная по градуировочному графику, г,

V - общий объем раствора, см³;

V_1 - аликвота раствора, см³;

m - масса навески, г.

За результат анализа X_{cp} принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений аликвоты поглотительного раствора X_1 и X_2

$$X_{cp} = \frac{X_1 + X_2}{2},$$

для которых выполняется следующее условие:

$$|X_1 - X_2| \leq 0,01 \cdot X_{cp} \cdot r, \quad (7)$$

где r - предел повторяемости, значения которого приведены в таблице 5.

Таблица 5 - Значения предела повторяемости при вероятности $p = 0,95$

Диапазон измерений, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r , %
от 0,03 до 2 вкл.	17

При невыполнении условия (7) могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Расхождение между результатами анализа, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата анализа и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение. Значения предела воспроизводимости приведены в таблице 6.

Таблица 6 - Значения предела воспроизводимости при вероятности $p = 0,95$

Диапазон измерений, %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R , %
от 0,03 до 2 вкл.	22

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости

результатов анализа согласно разделу 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

12 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат анализа X_{cp} в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X_{cp} \pm \Delta$, $P = 0,95$,

где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X_{cp}$. Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат анализа в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X_{cp} \pm \Delta_T$, $P = 0,95$, при условии $\Delta_T < \Delta$, где

X_{cp} - результат анализа, полученный в соответствии с прописью методики;

$\pm \Delta_T$ - значение характеристики погрешности результатов анализа, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов анализа.

Примечание. При представлении результата анализа в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

- количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата анализа;
- способ определения результата анализа (среднее арифметическое значение или медиана результатов параллельных определений).

13 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов анализа при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры анализа (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов анализа (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры анализа с применением образцов для контроля

Оперативный контроль процедуры анализа проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры K_K с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_K рассчитывают по формуле

$$K_K = |C_{cp} - C|, \quad (8)$$

где C_{cp} - результат анализа массовой концентрации ионов хрома в образце для контроля - среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми удовлетворяет условию (7) раздела 11.3;

C - аттестованное значение образца для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$\bar{K} = \Delta_T,$$

где $\pm \Delta_T$ - характеристика погрешности результатов анализа, соответствующая аттестованному значению образца для контроля.

Примечание. Допустимо характеристику погрешности результатов анализа при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_d = 0,84 \cdot \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов анализа.

Процедуру анализа признают удовлетворительной, при выполнении условия:

$$K_d^* \leq K^* \quad (9)$$

При невыполнении условия (9) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (9) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля процедуры анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.



ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

**Государственный научный метрологический центр
ФГУП "Уральский научно-исследовательский институт метрологии"**

СВИДЕТЕЛЬСТВО об аттестации методики выполнения измерений N 224.02.03.107/2005

Методика "Определение содержания пыли в промышленных выбросах.
Определение

наименование измеряемой величины; объекта
массовой доли хрома в пыли фотометрическим методом",
и метода измерений

разработанная ФГУ "ФЦАМ МПР РОССИИ" (г.Москва)

наименование организации (предприятия), разработавшей
МВИ

и регламентированная ПНД Ф 13.1.49-05
в

обозначение и наименование документа
аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563.

Аттестация осуществлена по метрологической экспертизы
результатам 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.

..... измерений, характеристика погрешности измерений (неопределенность измерений) и (или) характеристики составляющих погрешности (при необходимости - нормативы контроля)

Приложение: метрологические характеристики МВИ на 1 листе

Зам. директора по научной работе _____ С.В.Медведевских

Зав. лабораторией _____ В.Н.Панова

Дата выдачи: 27.06.2005 г.

Срок действия: -

Россия, 620000, г.Екатеринбург, ул.Красноармейская, 4

Тел.: (343) 350-26-18, факс: (343) 358-20-39. E-mail: uniim@uniim.ru

Приложение

к свидетельству N 224.02.03.107/2005

об аттестации методики "Определение содержания пыли в промышленных выбросах. Определение массовой доли хрома в пыли фотометрическим методом"

1. Значения показателя точности при определении содержания пыли в промышленных выбросах при вероятности $p = 0,95$

Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta$, %
25

2. Диапазон измерений, значения показателей точности, воспроизводимости и повторяемости при определении массовой доли хрома в пыли

Диапазон измерений, %	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_I , %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R , %	Показатель точности (границы относительной погрешности для вероятности $p = 0,95$), $\pm \delta$, %
От 0,03 до 2 вкл.	6	8	16

3. Диапазон измерений, значения пределов повторяемости и воспроизводимости при определении массовой доли хрома в пыли (для доверительной вероятности $p = 0,95$)

Диапазон измерений, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), r , %	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), R , %
от 0,03 до 2 вкл.	17	22

4. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений массовой доли хрома в пыли (на основе оценки

погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);

- контроль стабильности результатов измерений массовой доли хрома в пыли (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

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

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Электронный текст документа
подготовлен АО "Кодекс" и сверен по:
/ Федеральная служба по экологическому,
технологическому и атомному надзору. -
М., 2005 год