

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ  
И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

Научно-исследовательский институт охраны атмосферного воздуха  
НИИ Атмосфера



Дополнения и изменения

к «Методике выполнения измерений концентраций оксида углерода от источников сжигания органического топлива газохроматографическим методом»  
ПНД Ф 13.1.5-97

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

**1. Характеристики погрешности измерений**

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

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

**11. Контроль точности результатов измерений**

11.1 Проверка приемлемости выходных сигналов хроматографа, полученных в условиях повторяемости

Контролируемым параметром является размах выходных сигналов хроматографа при трех вводах газовой смеси. Проверку осуществляют при проведении градуировки, при периодической проверке градуировочных коэффициентов, а также при выполнении измерений.

Результат проверки признаётся приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{H_{\max} - H_{\min}}{\bar{H}} \cdot 100 \leq d_n \quad (6)$$

где:

$H_{\max}$  - максимальная высота хроматографического пика, усл.ед. или мм;

$H_{\min}$  - минимальная высота хроматографического пика, усл.ед. или мм;

$\bar{H}$  - среднее арифметическое значение высот пиков, усл.ед. или мм;

$d_n$  - норматив в относительной форме (допускаемое расхождение результатов измерений), соответствующий вероятности 0,95;

$d_n = 15$  %.

### 11.2 Периодический контроль градуировочной характеристики

Контроль проводят при смене колонки, активации катализатора, промывке детектора и т.п. Контроль проводят по ГСО, использовавшемуся ранее для определения градуировочного коэффициента согласно п.7.4. Каждую смесь вводят в хроматограф три раза, фиксируя высоту пика  $H^*$ . Обработку результатов проводят в соответствии с п. 10.

Проверяется выполнение условия:

$$\frac{|K^* - K|}{K} \cdot 100 \leq d_k \quad (7)$$

где:  $K$  - ранее установленное значение градуировочного коэффициента;

$$K^* - \text{вычисляют по формуле } K^* = \frac{\bar{H}^*}{X \cdot 1.25}$$

где:  $\bar{H}^*$  - среднее значение высоты пика, усл.ед. или мм;

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

$$d_k = 10 \%$$

При выполнении условия (7) градуировочная характеристика признается стабильной, а установленное ранее значение градуировочного коэффициента ( $K$ ) - подтвержденным.

Если отклонение  $K^*$  от  $K$  лежит в интервале свыше 10 до 30 %, то в дальнейшей работе применяется коэффициент  $K^*$ . Если отклонение превышает 30 %, то необходимо проверить правильность задания параметров анализа и исправность хроматографа.

### 10.3. Контроль приемлемости и правильности результатов измерений массовой концентрации оксида углерода

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

Для контроля применяются ГСО состава газовых смесей (эталонные сравнения), указанные в разделе 2 в пп. в), г), д). 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:

$$100 \cdot |C_{изм1} - C_{изм2}| / 0,5 \cdot (C_{изм1} + C_{изм2}) < \lambda$$

$$\frac{|C_{хил} - C_{изм}|}{C_{хил}} \cdot 100 \leq \alpha$$

где:  $C_{изм}$ ,  $C_{зад}$  - соответственно измеренное и заданное значения массовой концентрации оксида углерода, мг/м<sup>3</sup>;

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

$$\lambda = 15 \%$$

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

$$\alpha = 25 \%$$

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.