

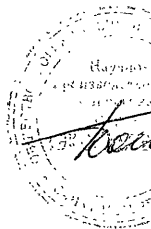
ООО «Научно-производственная и проектная фирма «ЭКОСИСТЕМА»

СОГЛАСОВАНО:



В.Б. Миляев

УТВЕРЖДАЮ:



Директор
ООО НППФ «Экосистема»

П.А. Богоявленский

8 июля 2005 г.

Дополнения и изменения

к «Методике выполнения измерений массовой концентрации алюминия в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом с алюминием» М - 12

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 алюминия, $мг/м^3$.

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

10. Контроль точности результатов измерений

10.1. Проверка приемлемости выходных сигналов фотоэлектроколориметра, полученных в условиях повторяемости

Проверяемым параметром является размах значений оптической плотности раствора. Проверка осуществляется при проведении градуировки, при периодической проверке градуировочной характеристики и при проведении анализов. Результат проверки признается приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{D_{i\max} - D_{i\min}}{D_{i\text{cp}}} \times 100 \leq K_{\text{раз}} \quad (12)$$

где: $K_{\text{раз}}$ - норматив в относительной форме (допускаемое расхождение результатов измерений), соответствующий вероятности $0,95$;

$K_{\text{раз}} = 25\%$;

$D_{i\max}$, $D_{i\min}$ - максимальное и минимальное значения оптической плотности в i -м растворе;

$D_{i\text{cp}}$ - среднее арифметическое значение результатов измерений оптической плотности раствора.

Если результаты измерений не удовлетворяют указанному условию, то необходимо проверить исправность прибора.

10.2. Проверка правильности построения градуировочной характеристики, полученной в условиях повторяемости

Проверка проводится при каждом построении градуировочной характеристики.

Градуировочная характеристика признаётся правильной при выполнении условия:

$$\frac{|\bar{D}_i - D_{рас}|}{D_{рас}} \cdot 100 \leq K_{гр} \quad (13)$$

где: $K_{гр}$ – норматив в относительной форме (допускаемое расхождение результатов измерений), соответствующий вероятности 0,95;

$K_{гр} = 13 \%$;

$D_{рас}$ - оптическая плотность i -го градуировочного раствора, полученная расчетным путем по формуле (1) для соответствующего значения m_i ;

\bar{D}_i – среднее арифметическое значение оптической плотности в одной серии градуировочного раствора.

Если результаты измерений не удовлетворяют указанному условию, то необходимо проверить чистоту посуды и соответствие посуды и реактивов стандартам или техническим условиям. Затем готовят дополнительно две серии градуировочных растворов, проводят измерения и проверяют правильность построения градуировочной характеристики.

10.3. Периодический контроль градуировочной характеристики

Контроль градуировочной характеристики проводится не реже одного раза в квартал, а так же при смене реактивов, места положения фотоэлектроколориметра. Контроль проводится по градуировочным растворам начала, середины и конца градуировочного графика. Так же контроль проводят перед каждой серией рабочих проб. Контрольные растворы готовят согласно табл.1. Каждый раствор приготавливается и анализируется 2 раза. Результат контроля признаётся удовлетворительным при выполнении условия:

$$\frac{|m_k - m_i|}{m_i} \times 100 \leq K_{ст} \quad (14)$$

где: $K_{ст}$ - норматив контроля в относительной форме (допустимое расхождение результата измерения с опорным значением), соответствующий вероятности 0,95;

$K_{ст} = 20\%$;

m_i - масса алюминия в $6,0 \text{ см}^3$ i -го контрольного раствора (согласно табл.1), мг;

m_k - масса алюминия в $6,0 \text{ см}^3$ контрольного раствора, найденная по формуле (7), мг. Значение m_k вычисляется как среднее арифметическое значение 2-х определений, расхождение между которыми не должно превышать 15%.

Если результаты измерений не удовлетворяют указанному условию, то необходимо проверить чистоту посуды и соответствие посуды и реактивов стандартам или техническим условиям, затем приготовить дополнительно по два контрольных раствора и повторить контроль.

10.4. Проверка приемлемости полученных значений массовых концентрации алюминия в параллельных пробах

Проверкой приемлемости является относительный размах результатов параллельных определений, отнесенный к среднему арифметическому значению (\bar{C}_i). Проверка проводится при выполнении каждого измерения. Результат проверки признается удовлетворительным при выполнении условия:

$$\frac{|C_{i \max} - C_{i \min}|}{\bar{C}_i} \times 100 \leq R \quad (15)$$

где: R - норматив в относительной форме, соответствующий вероятности 0,95;

R = 30%;

$C_{i \min}$ и $C_{i \max}$ - минимальное и максимальное значения массовой концентрации в параллельных определениях, мг/м³;

\bar{C}_i - среднее арифметическое значение двух параллельных определений, мг/м³.

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

10.5. Контроль правильности соблюдения условий выполнения аналитической процедуры

Контроль проводится на стадии освоения методики, а также по требованию контролирующих организаций. Цель контроля – выявление возможных ошибок на стадии обработки фильтра с отобранной пробой. Контроль проводится путем нанесения на фильтр (10,0 ± 0,5) мг оксида алюминия, предварительно прокалённого в течение 2 часов при температуре 600⁰С. Обработку фильтра с навеской и измерение оптической плотности проводят согласно п. 8.4. Результат контроля признаётся удовлетворительным при выполнении условия:

$$\frac{|mK - 5290|}{5290} \times 100 \leq K_{yc} \quad (16)$$

где: 5290 - масса алюминия в 10 мг оксида алюминия, мкг;

K_{yc} - норматив контроля в относительной форме, соответствующий вероятности 0,95;

$K_{yc} = 20\%$.

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.