

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ**

УТВЕРЖДАЮ

**И.о. директора ФБУ «Федеральный
центр мониторинга и оценки техногенного
воздействия»**



С.А. Хахалин

2011 г.

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ
АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА И ВЫБРОСОВ В АТМОСФЕРУ**

**МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ
КОНЦЕНТРАЦИИ ХЛОРА В ПРОМЫШЛЕННЫХ
ВЫБРОСАХ В АТМОСФЕРУ
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ
ПО ЙОДОКРАХМАЛЬНОЙ РЕАКЦИИ**

ПНД Ф 13.1.50-2006

**Методика допущена для целей государственного
экологического контроля**

**МОСКВА 2006 г.
(издание 2011 г.)**

Право тиражирования и реализации принадлежит разработчику.

Методика рассмотрена и одобрена федеральным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия (ФБУ «ФЦАО»).

Главный инженер ФБУ «ФЦАО», к.х.н.



В.С. Талисманов

Разработчик:

«Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»)

Адрес: 125080, г. Москва, п/о № 80, а/я № 86

Телефон: (495) 943-29-44

Телефон/факс: (495) 781-64-95; факс: (495) 781-64-96

E-mail: info@fcao.ru, www.fcao.ru.

Полное или частичное тиражирование, копирование и размещение в Интернете и на любых других носителях информации данных материалов без письменного разрешения разработчика преследуется по ст. 146 Уголовного Кодекса Российской Федерации.

1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации хлора в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом.

Диапазон измерений от 0,1 до 40 мг/м³.

Определению хлора мешают окислители, выделяющие йод из йодида калия: озон, двуокись азота, двуокись хлора. Озон и двуокись азота обычно не сопутствуют хлору в газовых выбросах.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Значения показателя точности измерений¹ – расширенной относительной неопределенности измерений по настоящей методике при коэффициенте охвата 2 приведены в таблице 1. Бюджет неопределенности измерений приведен в Приложении А.

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов анализа, выдаваемых лабораторией;
- оценке качества проведения испытаний в лаборатории;
- оценке возможности использования настоящей методики в конкретной лаборатории.

Таблица 1 – Диапазон измерений, показатели неопределенности измерений

Диапазон измерений,	Суммарная стандартная относительная неопределенность, u , %	Расширенная относительная неопределенность ² , U при коэффициенте охвата $k = 2$, %
От 0,1 до 1 включ.	12,5	25
Св. 1 до 40 включ.	11	22

¹ В соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 (п. 3.4) в качестве показателя точности измерений использованы показатели неопределенности измерений).

² Соответствует характеристике погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$.

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1 Средства измерений

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны 580-590 нм

Кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм

Весы лабораторные специального класса точности с ценой деления не более 0,1 мг, наибольшим пределом взвешивания не более 210 г

ГОСТ Р 53228-2008

Гири

ГОСТ 7328-2001

Электроаспиратор типа М-822,

ТУ 64-1-862-82

Ротаметры для измерения расхода воздуха типа М 679

ТУ 64-1-0801-256-80

Дифманометр-тягометр типа ДТмМП

ГОСТ 2405-88

Барометр

ТУ 25-04-1797-75

Термометр жидкостной лабораторный

ГОСТ 29224-91

Секундомер, класс 3, цена деления секундной шкалы 0,2 с

Пробирки вместимостью 10 см³

ГОСТ 1770-74

Колбы мерные 2-го класса точности вместимостью 100, 500 см³

ГОСТ 1770-74

Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 0,5, 1, 5, 10 см³

ГОСТ 29227-91

3.2 Вспомогательные устройства

Поглотительный прибор Зайцева

ГОСТ 25336-82

Склянки Дрекселя вместимостью 200 см³

ГОСТ 25336-82

Стаканы химические термостойкие вместимостью 50 см³

ГОСТ 25336-82

Стаканы для взвешивания (бюксы)

ГОСТ 25336-82

Электроплитка с регулятором нагрева и закрытой спиралью

ГОСТ 14919-83

Шланги из поливинилхлорида

ГОСТ 19034-82

Газозаборная трубка с фильтровальным патроном

П р и м е ч а н и я.

1 Допускается использование других средств измерений утвержденных типов, обеспечивающих измерения с установленной точностью.

2 Допускается использование другого оборудования с метрологическими и техническими характеристиками, аналогичными указанным.

3 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

3.3 Реактивы

Ртуть йодистая (Йодид ртути) HgI_2

ГОСТ 4159-79

Йод

ГОСТ 10163-76

Крахмал растворимый

ГОСТ 6709-72

Вода дистиллированная

ГОСТ 4232-74

Калий йодистый

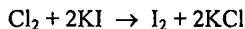
П р и м е ч а н и я.

1 Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации ч.д.а. или х.ч.

2 Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных.

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Определение хлора основано на окислении йодида калия до свободного йода и фотометрическом определении выделившегося йода по йодокрахмальной реакции:

**5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ
ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

При выполнении измерений массовой концентрации хлора необходимо соблюдать следующие требования техники безопасности.

5.1 При выполнении измерений необходимо соблюдение требований техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

5.2 Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

5.3 Организация обучения работников безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90.

5.4 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5.5 Работы на высоте следует проводить в соответствии с требованиями СНиП III - 4-80.

5.6 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88.

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

6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРОВ

Выполнение измерений может производить химик-аналитик, имеющий опыт работы в химической лаборатории, прошедший соответствующий инструктаж, освоивший методику и получивший удовлетворительные результаты при выполнении контроля процедуры измерений.

7 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха $(20 \pm 10) ^\circ\text{C}$;

атмосферное давление $(84-106)$ кПа;

влажность воздуха не более 80 % при температуре 25°C ;

частота переменного тока (50 ± 1) Гц;

напряжение в сети (220 ± 22) В.

Методика применима при влажности газа 30-95%.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений хлора должны быть проведены следующие работы: отбор проб, подготовка приборов к работе, приготовление вспомогательных и градуировочных растворов, построение градуировочного графика, контроль стабильности градуировочной характеристики.

8.1 Отбор проб

Отбор проб следует проводить в соответствии с ПНД Ф 12.1.1-99 «Методические рекомендации по отбору проб при определении концентрации вредных веществ (газов и паров) в выбросах промышленных предприятий» при установленвшемся движении потока газа. Измерительное сечение должно располагаться на прямом участке газохода, отдаленном от источников возмущения потока: вентиляторов, дросселей, задвижек, сужений, расширений и поворотов газохода. Поток имеет ламинарный (установившийся) характер, если источники возмущения потока расположены не ближе 5-6 размеров газохода до точки отбора и не ближе 3-4 размеров газохода после точки отбора. При отсутствии прямых участков необходимой длины, допускается оборудовать точки отбора в месте, делящем выбранный участок газохода между источниками возмущения потока в соотношении 3:1 в направлении движения газа.

Перед отбором проб собирают установку, состоящую из газозаборной трубы (при отборе запыленного газа в газозаборную трубку помещают фильтр) поглотительного прибора, каплеуловителя, термометра, тягометра и аспиратора. Для соединения элементов установки используют шланги из поливинилхлорида.

Газ из газохода с помощью аспирационного устройства протягивают через газозаборную трубку, снабженную фильтром от пыли (или без него) и поглотительный прибор заполненный 4 см³ поглотительного раствора. При отборе проб на прямом свету поглотительный прибор оборачивают черной бумагой. Перед аспирационным устройством устанавливают: сборник конденсата (склянка Дрекселя) для поглощения сконденсированной влаги, термометр и тягометр для измерения температуры и разрежения в линии отбора проб.

Протягивают через установку 5 дм³ анализируемого газа с расходом 0,25 дм³/мин в течение 20 мин.

В процессе отбора проб измеряют температуру и давление (разряжение) газа и атмосферное давление.

Отобранные пробы транспортируют к месту анализа в поглотительных приборах, соединив их вход и выход шлангами из поливинилхлорида. Пробы должны быть проанализированы в течение суток.

8.2 Подготовка прибора к работе

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

8.3 Приготовление вспомогательных растворов

8.3.1 Приготовление раствора калия йодистого с массовой долей 2,5 %

Навеску 2,5 г калия йодистого помещают в коническую колбу и растворяют в 97,5 см³ дистиллированной воды.

Раствор применяют свежеприготовленным.

8.3.2 Приготовление раствора калия йодистого с массовой долей 10 %

Навеску 10,0 г калия йодистого помещают в коническую колбу и растворяют в 90 см³ дистиллированной воды.

Раствор применяют свежеприготовленным.

8.3.3 Приготовление раствора крахмала с массовой долей 0,2 %

Навески 2,0 г крахмала и 10 мг йодида ртути, взятые с точностью до 0,0002 г, растворяют в стакане в небольшом количестве дистиллированной воды. Полученную суспензию медленно вливают в 1 дм³ кипящей дистиллированной воды. Кипячение продолжают до получения прозрачного раствора.

Раствор хранят в темной склянке с пришлифованной пробкой до внешних изменений.

8.3.4 Приготовление поглотительного раствора

В термостойком стакане смешивают 100 см³ 2,5% раствора калия йодистого и 50 см³ 0,2% раствора крахмала, кипятят в течение 2-3 мин. Раствор охлаждают, разбавляют до 500 см³ дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор хранят в склянке с пришлифованной пробкой не более 7 суток.

8.3.5 Приготовление основного градуировочного раствора йода

Навеску 1,2500 г йода, взятую с точностью до 0,0002 г, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³, растворяют в 100 см³ 10% раствора калия йодистого и доводят раствор до метки дистиллированной водой.

Раствор хранят в темном месте в колбе с притертой пробкой не более 3-х месяцев.

8.3.6 Приготовление рабочего градуировочного раствора йода

3,6 см³ основного градуировочного раствора йода переносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят до метки 2,5% раствором йодида калия.

Раствор содержит 17,8 мкг/см³ йода, что соответствует 5 мкг хлора в 1 см³. Раствор используют свежеприготовленным.

8.4 Построение градуировочного графика.

Для построения градуировочного графика необходимо приготовить образцы для градуировки, соответствующие массовой концентрации хлора 0,5–8,0 мкг в 5 см³.

В каждую мерную пробирку вместимостью 10 см³ вносят аликвотную часть рабочего градуировочного раствора йода, доводят объем до 2,5 см³ 2,5% раствором йодида калия и добавляют по 2,5 см³ поглотительного раствора, перемешивают.

Состав и количество образцов для градуировки приведены в таблице 2.

Условия анализа должны соответствовать п.7.

Измеряют оптическую плотность стандартных растворов по отношению к раствору сравнения в кювете с толщиной поглащающего слоя 10 мм при длине волны $\lambda=580$ нм (для спектрофотометра) и $\lambda=590$ нм (для фотоэлектроколориметра).

В качестве раствора сравнения используют поглотительный раствор.

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных.

По полученным результатам строят градуировочный график, откладывая по оси абсцисс количество хлора в мкг, а по оси ординат – значения оптической плотности соответствующих образцов для градуировки. Градуировочный график строят по средним значениям из 5 результатов измерений для каждого образца.

Таблица 2 - Состав и количество образцов для градуировки

Номер образца	Аликвотная часть рабочего градуировочного раствора йода, помещенная в мерные пробирки вместимостью 10 см^3 , см^3	Объем 2,5%-ного раствора калия йодистого, см^3	Объем поглотительного раствора, см^3	Массовая концентрация хлора, $\text{мкг}/5 \text{ см}^3$
1	0,0	2,5	2,5	0,0
2	0,1	2,4	2,5	0,5
3	0,2	2,3	2,5	1,0
4	0,4	2,1	2,5	2,0
5	0,8	1,7	2,5	4,0
6	1,2	1,3	2,5	6,0
7	1,6	0,9	2,5	8,0

8.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в три месяца, а также при смене любого из реагентов, после ремонта или поверки фотоэлектроколориметра или спектрофотометра. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 2).

Измеряют оптическую плотность (не менее 5 замеров) и находят среднее арифметическое полученных значений.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$|X - C| \leq 0,01 \cdot C \cdot K_{\varphi}, \quad (1)$$

где X – результат контрольного измерения массовой концентрации хлора в образце для градуировки, мкг;

C – аттестованное значение массовой концентрации хлора в образце для градуировки, мкг;

K_{φ} – градуировочный коэффициент.

Значение K_{φ} составляет для диапазона определяемых концентраций, мкг:

- от 0,5 до 2 вкл. – 17%;
- от 2 до 8 вкл. – 15%.

П р и м е ч а н и е.

Допустимо значения градуировочных коэффициентов устанавливать в лаборатории при накоплении статистических данных при условии, что они не превышают значений, приведенных выше.

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 ее нестабильности и повторяют контроль с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Поглотительный прибор после отбора выдерживают при комнатной температуре не менее 30 минут.

После отбора пробы, содержание поглотительного прибора ($V = 4 \text{ см}^3$) переливают в пробирку, поглотительный прибор промывают $\sim 1 \text{ см}^3$ поглотительного раствора и доводят объем в пробирках до 5 см^3 поглотительным раствором.

При содержании хлора более 1,6 мг/м³ содержимое поглотительного прибора количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, промывая поглотительный сосуд поглотительным раствором, доводят им до метки и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность растворов по отношению к раствору сравнения в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны $\lambda=580$ нм (для спектрофотометра) и $\lambda=590$ нм (для фотоэлектротокометра). В качестве раствора сравнения используют поглотительный раствор.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1 Приведение отобранного объема газа к нормальным условиям

Объем отобранной пробы газа приводят к нормальным условиям (0°C, 101,3 КПа) по формуле:

$$V_0 = V \frac{273 \times (P - P_r)}{101,3 \times (273 + t_r)}, \quad (2)$$

где V_0 – объем газа, отобранного на анализ, приведенный к нормальным условиям, дм³;

V – объем газа, отобранного на анализ при условиях отбора пробы, дм³;

P – атмосферное давление во время отбора пробы, кПа;

P_r – избыточное давление (разрежение) газа перед ротаметром, кПа;

t_r – температура газа перед ротаметром, °С.

10.2 Обработка результатов измерений

Содержание хлора, X (мг/м³) в анализируемом газе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{X'}{V_0} \quad (3)$$

При содержании хлора более 1,6 мг/м³ по формуле:

$$X = \frac{X'}{V_0} \cdot \frac{100}{4}, \quad (4)$$

где X' - количество хлора, найденное по градуировочному графику, мкг;
 V_0 – объем газа, отобранного на анализ, приведенный к нормальным условиям, дм^3 .

10.3 Оценка приемлемости результатов измерений в условиях повторяемости (сходимости)

При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют в соответствии с требованиями раздела 5.2. ГОСТ Р ИСО 5725-6. Расхождение между результатами измерений не должно превышать предела повторяемости (g). Значения g приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Предел повторяемости результатов измерений

Диапазон определяемых концентраций, $\text{мг}/\text{м}^3$	Предел повторяемости g , %
От 0,1 до 1 включ.	17
Св. 1 до 40 включ.	14

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm 0,01 \cdot U \cdot X, \text{ мг}/\text{м}^3$,

где X – результат измерений массовой концентрации, установленный по п.10.2, $\text{мг}/\text{м}^3$;

U – значение показателя точности измерений (расширенная неопределенность измерений с коэффициентом охвата 2).

Значение U приведено в таблице 1.

Допускается результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X \pm 0,01 \cdot U_x \cdot X, \text{ мг}/\text{м}^3, P=0,95$, при условии $U_x < U$, где U_x – значение показателя точности измерений (расширенной неопределенности с коэффициентом охвата 2), установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

П р и м е ч а н и е.

При представлении результата измерений в документах, выдаваемых лабораторией, указывают:

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

12 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ**12.1 Общие положения**

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений;
- контроль стабильности результатов измерений на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения (СКО) повторяемости, СКО промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности и правильности.

Периодичность проведения контроля, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируются во внутренних документах лаборатории.

Ответственность за организацию проведения контроля стабильности результатов анализа возлагают на лицо, ответственное за систему качества в лаборатории.

Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с 5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

12.2 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием образцов для контроля

Анализируют образец для контроля, приготовленный с использованием вещества гарантированной чистоты. Результат контрольной процедуры K , рассчитывают по формуле:

$$K_K = X - C, \quad (5)$$

где X – результат анализа;

C – аттестованное значение хлора в образце для контроля.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле

$$K = 2\sigma_{\text{пром}}. \quad (6)$$

где $\sigma_{\text{пром}}$ – стандартное отклонение промежуточной прецизионности, соответствующие массовой концентрации хлора в образце для контроля, мкг.

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию:

$$|K_r| \leq |K|, \quad (7)$$

процедуру анализа признают удовлетворительной. Претензии к качеству процесса измерений не предъявляют.

При невыполнении условия (7) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(информационное)

Таблица А.1 – Бюджет неопределенности измерений

Источник неопределенности	Оценка типа	Стандартная относительная неопределенность ³ , %	
		(0,1 - 1) мг/м ³	(св. 1 - 40) мг/м ³
Измерение объема газа при отборе пробы, u_1	B	5,0	5,0
Измерение давления при отборе пробы, u_2	B	0,06	0,06
Измерение температуры при отборе пробы, u_3	B	0,1	0,1
Степень чистоты реагентов и дистиллированной воды, u_4	B	1,0	1,0
Приготовление градуировочных растворов, u_5	B	2,5	2,5
Построение градуировочного графика, u_6	B	8,5	7,5
Подготовка проб к анализу, u_7	B	2,0	1,8
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, u_8	A	7,0	5,0
Суммарная стандартная относительная неопределенность, u_c		12,5	11
Расширенная относительная неопределенность, $(U_{\text{отн.}})$ при $k = 2$, %		25	22
П р и м е ч а н и я.			
1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений.			
2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.			

³ Соответствует характеристике относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$.



000214

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО
ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
(Росстандарт)

Федеральное государственное унитарное предприятие
«Уральский научно-исследовательский институт метрологии»
(ФГУП «УНИИМ»)

Государственный научный метрологический институт

СВИДЕТЕЛЬСТВО

№ 222.0071/01.00258/2011

Методика измерений массовой концентрации хлора в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом по йодокрахмальной реакции.

предназначенная для применения в организациях, осуществляющих контроль состава промышленных выбросов в атмосферу.

разработанная ФБУ "ФПАО", 125080, г. Москва, Волоколамское шоссе, д.11, стр.1.
Наименование и адрес организации (предприятия), разработавшей методику (метод)

и содержащаяся в ПНЛ Ф 13.1.50-06 "Методика измерений массовой концентрации хлора обозначение и наименование документа, содержащего методику (метод), год утверждения, число страниц в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом по йодокрахмальной реакции". издание 2011г., на 16 листах.

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с ФЗ № 102 "Об обеспечении единства измерений" и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по теоретическим и (или) экспериментальным исследований разработке методика (метода) измерений и экспериментальных исследований

В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод) нормативно-правовой документ в области обеспечения единства измерений (при наличии) и ГОСТ Р 8.563 измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 л.

Зам. директора по научной работе

С В Мельникову

Зав. лабораторией

© В. Кочергина

Дата выдачи

05.03.2011

Рекомендуемый список методики (материала)



Россия, 620000, г. Екатеринбург, ул. Красноармейская, 11
Тел.: (343) 350-26-18, факс (343) 350-20-39, Е-mail: info@min.ru

ПРИЛОЖЕНИЕ
к свидетельству № 222.0071/01.00258/2011 об аттестации
регистрационный номер
методики измерений массовой концентрации хлора в промышленных выбросах
в атмосферу фотометрическим методом по йодокрахмальной реакции
на 1 листе

1 Показатели точности измерений¹ и предел повторяемости приведены в таблице 1

Таблица 1

Диапазон измерений, мг/м ³	Суммарная стандартная относительная неопределенность, u_c , %	Расширенная относительная неопределенность ² , U , при коэффициенте охвата $k = 2$, %	Предел повторяемости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений, при $P=0,95$), r , %
От 0,1 до 1 включ.	12,5	25	17
Св. 1 до 40 включ.	11	22	14

2 Бюджет неопределенности измерений приведен в таблице 2

Таблица 2

Источник неопределенности	Оценка типа	Стандартная относительная неопределенность, %	
		(0,1 – 1) мг/м ³	(1 – 40) мг/м ³
Измерение объема газа при отборе пробы, u_1	B	5,0	5,0
Измерение давления при отборе пробы, u_2	B	0,06	0,06
Измерение температуры при отборе пробы, u_3	B	0,1	0,1
Степень чистоты реагентов и дистиллированной воды, u_4	B	1,0	1,0
Приготовление градуировочных растворов, u_5	B	2,5	2,5
Построение градуировочного графика, u_6	B	8,5	7,5
Подготовка проб к анализу, u_7	B	2,0	1,8
Стандартное отклонение результатов измерений, полученных в условиях повторяемости, u	A	7,0	5,0
Суммарная стандартная относительная неопределенность, u_c , %		12,5	11
Расширенная относительная неопределенность, U , при $k = 2$, %		25	22

П р и м е ч а и я:

1 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений.

2 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.

Зав. лабораторией 222

Погорыни

О.В. Кочергина

Дата выдачи: 05.03.2011 г.

¹ В соответствии с ГОСТ Р 8.563-2009 (п. 3.4) в качестве показателя точности измерений использованы показатели неопределенности измерений.

² Следует характеристику относительной погрешности при доверительной вероятности $P=0,95$.