

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ**

УТВЕРЖДАЮ

**Директор ФБУ «Федеральный центр
анализа и оценки техногенного**



В.И.Цуканов

2012 г.

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

**МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ
КОНЦЕНТРАЦИИ ФОРМАЛЬДЕГИДА
В ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ В АТМОСФЕРУ
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ
С АЦЕТИЛАЦЕТОНОМ**

ПНД Ф 13.1.41-2003

(ФР.1.31.2007.03825)

**Методика допущена для целей государственного
экологического контроля**

**МОСКВА 2003 г.
(Издание 2012 г.)**

Право тиражирования и реализации принадлежит ФБУ «ФЦАО».

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

Заместитель директора



С.А. Хахалин

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

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

Телефон/факс: (495) 781-64-95, телефон: (495) 943-29-44

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

Разработчик:

Филиал ФБУ «ЦЛАТИ по ЦФО» - ЦЛАТИ по Брянской области

Адрес: 241019, г. Брянск, пер. Осоевяхима, 3-г

Телефон/факс: (4832) 41-04-19

1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации формальдегида в пробах промышленных выбросов в атмосферу фотометрическим методом с ацетилацетоном. Методика может быть использована преимущественно для анализа промвыбросов производства пенообразующих препаратов, поливинилхлоридной пленки и тары, при переработке полиэтилена, при получении и использовании фенол- и карбамидоформальдегидных смол.

Диапазон измеряемых концентраций от 0,25 до 10 мг/м³.

Определению не мешают жирные спирты (C₁-C₄), аммиак, толуол, ксилол, фенол, стирол, фурфурол, бензальдегид, метилметакрилат, изопрен, изобутилен, эпихлоргидрин.

2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения показателей точности повторяемости и правильности

| Диапазон измерений, мг/м ³ | Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , % | Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности методики при вероятности $P=0,95$), $\pm\delta_c$, % | Показатель точности ¹ (границы относительной погрешности методики при вероятности $P=0,95$), $\pm\delta$, % |
|---------------------------------------|--|---|--|
| От 0,25 до 10 вкл. | 7 | 19 | 24 |

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.

¹ Соответствует расширенной стандартной неопределенности при коэффициенте охвата $k=2$

3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и стандартные образцы.

3.1 Средства измерений

- Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны 412 нм
- Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм
- Весы лабораторные специального класса точности с ценой деления не более 0,1 мг, наибольшим пределом взвешивания не более 210 г по ГОСТ Р 53228-2008
- Гири. Общие технические условия по ГОСТ 7328-2001
- Колбы мерные вместимостью 25, 100, 1000 см³, 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74
- Цилиндры мерные вместимостью 50, 100 см³, 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74
- Бюретка вместимостью 10 см³, 2-го класса точности по ГОСТ 29251-91
- Микропипетка вместимостью 0,1 см³
- Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5, 10 см³ по ГОСТ 29227-91
- Электроаспиратор по ТУ 25-11-1414-78
- Пневмометрические трубки по ГОСТ 17.2.4.06-90
- Манометр или дифманометр-тягомер по ГОСТ 2405-88
- Термометр лабораторный шкальный, цена деления 1°С по ГОСТ 28498-90

3.2 Вспомогательные устройства

- Пробирки ПУ-25-14/23 по ГОСТ 25336-82
- Колбы конические Кн 2-250-18ТИ по ГОСТ 25336-82
- Поглотительные приборы с пористой пластинкой по ТУ 25-11-1081-75
- Баня водяная любого типа

Примечания.

1 Допускается применение иных средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

3.3 Реактивы и стандартные образцы

- Формалин, 40% раствор формальдегида в воде по ГОСТ 1625-89
- Натрия гидроксид, х.ч. по ГОСТ 4328-77
- Ацетилацетон, ч.д.а. по ГОСТ 10259-78
- Аммония ацетат, х.ч. по ГОСТ 3117-78
- Кислота хлористоводородная (соляная), х.ч. по ГОСТ 3118-77
- Йод, стандарт-титр 0,1 моль/дм³ по ТУ 6-09-2540-72
- Натрия тиосульфат, стандарт-титр по ТУ 6-09-2540-72
- Крахмал, ч. по ГОСТ 10163-76
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72
- ГСО с аттестованным значением массовой концентрации формальдегида 1 мг/см³ и погрешностью аттестованного значения не более 1 %

Примечание.

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

4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Фотометрический метод определения массовой концентрации формальдегида основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения при взаимодействии формальдегида с ацетилацетоном в присутствии ацетата аммония. Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 412 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При работе в лаборатории необходимо соблюдать следующие требования техники безопасности.

5.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

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

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

5.4 Организация обучения работающих безопасности труда производится по ГОСТ 12.0.004-90.

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

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

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

6 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 в процессе тренировки и уложившегося в нормативы контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

7 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление $(84-106) \text{ кПа}$;
- влажность воздуха не более 80 % при температуре $25 ^\circ\text{C}$;
- напряжение в сети $(220 \pm 22) \text{ В}$.

8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: подготовка прибора, приготовление растворов, построение градуировочного графика, контроль стабильности градуировочной характеристики, отбор проб.

8.1 Подготовка прибора

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

8.2 Приготовление растворов

8.2.1 Приготовление раствора йода и раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм³

Раствор йода концентрации 0,1 моль/дм³ и раствор тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³ готовят из стандарт-титров в соответствии с прилагаемой инструкцией.

Раствор йода хранят в темном месте. Растворы устойчивы в течение месяца.

8.2.2 Приготовление раствора ацетилацетона с массовой долей 0,4%

В мерную колбу вместимостью 100 см³ помещают 0,4 см³ ацетилацетона плотностью 0,976 г/см³ и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор готовят перед анализом.

8.2.3 Приготовление раствора ацетата аммония с массовой долей 20%

В коническую колбу помещают навеску 20 г ацетата аммония и растворяют в 80 см³ дистиллированной воды. Раствор хранят до внешних изменений.

8.2.4 Приготовление реактивного раствора

Смешивают равные объемы растворов ацетилацетона и ацетата аммония. Раствор готовят перед употреблением.

8.2.5 Приготовление поглотительного раствора

Смешивают равные объемы воды и реактивного раствора. Раствор готовят перед употреблением.

8.2.6 Приготовление раствора соляной кислоты с массовой долей 10%

Отмеряют цилиндром 22 см³ концентрированной соляной кислоты плотностью 1,190 г/см³ и 74 см³ дистиллированной воды. Приливают кислоту к воде, перемешивают. Срок хранения не ограничен.

8.2.7 Приготовление раствора гидроксида натрия с массовой долей 20%

Навеску 20,0 г гидроксида натрия помещают в коническую колбу и растворяют в 80 см³ дистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения - 2 месяца.

8.2.8 Приготовление раствора крахмала с массовой долей 1%

Смешивают 0,5 г крахмала с 10 см³ дистиллированной воды и приливают к 40 см³ кипящей дистиллированной воды. Раствор хранят не более трех суток.

8.3 Приготовление градуировочных растворов

8.3.1 Приготовление градуировочного раствора формальдегида с массовой концентрацией 10 мкг/см³ из ГСО

В мерную колбу вместимостью 100 см³ с небольшим количеством дистиллированной воды пипеткой отмеряют 1 см³ ГСО формальдегида (1 мг/см³), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Используют свежеприготовленный раствор.

8.3.2 Приготовление исходного градуировочного раствора формальдегида концентрации 10 мг/см³ из формалина

В мерную колбу вместимостью 100 см³ пипеткой вносят 2,5 см³ формалина и доводят до метки дистиллированной водой.

При хранении в темноте раствор устойчив в течение одного месяца.

Точную концентрацию раствора формальдегида устанавливают йодометрическим титрованием. Для этого в коническую колбу вместимостью 200 см³ вносят пипеткой 1 см³ раствора формальдегида концентрации

10 мг/см³, добавляют 10-15 см³ дистиллированной воды, 10 см³ раствора йода и по каплям раствор гидроксида натрия до получения устойчивой светло-желтой окраски, закрывают пробкой и оставляют на 10 минут. Раствор подкисляют 5 см³ 10% раствора хлористоводородной (соляной) кислоты, 10 минут выдерживают в темноте и титруют раствором тиосульфата натрия до бледно-желтой окраски. Затем прибавляют несколько капель крахмала и опять титруют раствором тиосульфата натрия до исчезновения синей окраски раствора. Записывают объем реактива, пошедший на титрование (V_1).

Предварительно устанавливают объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование 10 см³ 0,1 моль/дм³ раствора йода (V_x). По разности двух титрований ($V_x - V_1$) находят объем раствора тиосульфата натрия или объем раствора йода, пошедший на окисление формальдегида.

Учитывая, что 1 см³ раствора йода концентрации 0,1 моль/дм³ соответствует 1,5 мг формальдегида, рассчитывают концентрацию формальдегида в исходном растворе.

8.3.3 Приготовление градуировочных растворов формальдегида с массовой концентрацией 100 мкг/см³ и 10 мкг/см³ из формалина

Из исходного градуировочного раствора, приготовленного по п.8.3.2, соответствующим разведением готовят градуировочные растворы формальдегида концентрации 100 мкг/см³ (концентрацию раствора уточняют титриметрически), а затем готовят из него рабочий градуировочный раствор концентрации 10 мкг/см³.

Раствор с концентрацией 10 мкг/см³ используют в день приготовления.

8.4 Построение градуировочного графика

Серию градуировочных растворов готовят в колориметрических пробирках, используя градуировочный раствор концентрации 10 мкг/см³. Состав и количество образцов для градуировки приведены в таблице 2.

Таблица 2 - Состав и количество образцов для градуировки

| РЕАКТИВЫ | НОМЕР ГРАДУИРОВОЧНОГО РАСТВОРА | | | | | |
|---|--------------------------------|------|-----|------|------|------|
| | 0 | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Градуировочный раствор формальдегида, см ³ | - | 0,25 | 0,5 | 1,0 | 1,5 | 2,0 |
| Дистиллированная вода, см ³ | 2,5 | 2,25 | 2,0 | 1,5 | 1,0 | 0,5 |
| Реактивный раствор, см ³ | Во все пробирки по 2,5 | | | | | |
| Содержание формальдегида, мкг | 0 | 2,5 | 5,0 | 10,0 | 15,0 | 20,0 |

Растворы тщательно перемешивают, помещают на кипящую водяную баню и выдерживают в течение 10 минут. После охлаждения измеряют оптическую плотность при длине волны 412 нм по отношению к раствору сравнения в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Для построения градуировочного графика каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных. По оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс – содержание формальдегида, мкг.

8.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже 1 раза в квартал или при смене партии реактивов, после ремонта и поверки прибора. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 1).

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

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

где X – результат контрольного измерения содержания формальдегида в образце для градуировки, мкг;

C – аттестованное содержание массовой концентрации формальдегида в образце для градуировки, мкг;

K_p – норматив оперативного контроля градуировочной характеристики, $K_p = 12\%$, при $P=0,95$.

Если условие стабильности 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.

8.6 Отбор проб

Отбор проб следует проводить в соответствии с ГОСТ Р 50820-95 «Оборудование газоочистное и пылеулавливающее. Методы определения запыленности газопылевых потоков» и ПНД Ф 12.1.1-99 «Методические рекомендации по отбору проб при определении концентрации вредных веществ (газов и паров) в выбросах промышленных предприятий» при установившемся технологическом режиме работы обследуемого источника выделения загрязняющих веществ в атмосферу.

Место для отбора проб выбирают на прямолинейном участке газохода. Прямолинейный участок должен иметь длину не менее 5-6 диаметров газохода до места отбора проб и 3-4 диаметров после места отбора проб. Не следует выбирать место отбора проб вблизи задвижек, дросселей, диффузоров, колен и вентиляторов. Собирают схему установки для отбора проб в соответствии с Приложением А.

Проверяют схему на герметичность: включают электроаспиратор, устанавливают расход газового потока примерно $15 \text{ дм}^3/\text{мин}$, закрывают входное отверстие пробоотборного зонда, при этом создается разрежение в установке. Если в течение 0,5 мин поплавков ротаметра достигает нулевой отметки, установка считается герметичной.

Анализируемый газ в течение 20 минут пропускают со скоростью 0,5 дм³/мин через два последовательно соединенных поглотительных сосуда, содержащих по 5 см³ поглотительного раствора.

В процессе отбора следят за показаниями ротаметра электроаспиратора, а также измеряют температуру и давление (разряжение) газа у ротаметра и атмосферное давление.

По окончании отбора закрывают вход и выход поглотителей резиновыми шлангами с пробками для предотвращения потерь поглотительного раствора.

Срок хранения отобранных проб не более двух суток.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержимое двух поглотительных приборов анализируют отдельно и результаты суммируют.

Растворы из поглотительных приборов переносят в колориметрические пробирки и помещают на 10 минут на кипящую водяную баню. После охлаждения измеряют оптическую плотность растворов, как при построении градуировочного графика (п.8.4).

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

По градуировочному графику находят содержание формальдегида в каждом поглотительном сосуде (M_1 и M_2 , мкг) и рассчитывают его концентрацию в газовых выбросах, X в мг/м³ по формуле:

$$X = \frac{M_1 + M_2}{V_0}, \quad (2)$$

где V_0 – объем отобранной пробы газа, приведенный к нормальным условиям по формуле, дм³:

$$V_0 = \frac{273 \times V_1 \times (P \pm \Delta P)}{101,3 \times (273 + t)} \quad (3)$$

где V_1 – объем исследуемой газовой смеси, дм³;

P – атмосферное давление, кПа;

ΔP – избыточное давление (разрежение) перед аспиратором, кПа;

t – температура газовой пробы перед аспиратором, °С.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения X (мг/м^3) в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$X \pm \Delta, P=0,95,$$

где Δ - показатель точности методики.

Величину Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X$

Значение δ приведено в таблице 1.

Допустимо результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$$X \pm \Delta_n, P=0,95, \text{ при условии } \Delta_n < \Delta, \text{ где}$$

X – результат измерений, полученный в соответствии с прописью методики, мг/м^3 ;

Δ_n - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

12 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют в соответствии с требованиями раздела 5.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

За результат измерения содержания формальдегида в пробе принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений аликвоты поглотительного раствора, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости. Значения предела повторяемости (r) для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Диапазон измерений, значения предела повторяемости при доверительной вероятности $P=0,95$

| Диапазон измерений, мг/м^3 | Предел повторяемости (относительные значения допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), г, % |
|--|---|
| От 0,25 до 10 вкл. | 20 |

13 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

13.1 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 контроля исполнителем процедуры выполнения измерений и алгоритмы контрольных процедур, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

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

13.2 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием образцов для контроля

Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры K_x с нормативом контроля K .

Результат контрольной процедуры K_x рассчитывают по формуле:

$$K_x = |\bar{X} - C|$$

где \bar{X} - результат контрольного измерения содержания формальдегида в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости g .

Значение g приведено в таблице 3.

C – аттестованное значение образца для контроля.

В качестве образца для контроля используют раствор, аттестованный по процедуре приготовления и представляющий собой поглотительный раствор с введенным в него ГСО формальдегида.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_d$$

где Δ_d – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики, соответствующее аттестованному значению образца для контроля.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительной при выполнении условия

$$K_k \leq K$$

При невыполнении данного условия эксперимент повторяют. При повторном невыполнении – выясняют причины, приводящие к неудовлетворительному результату.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

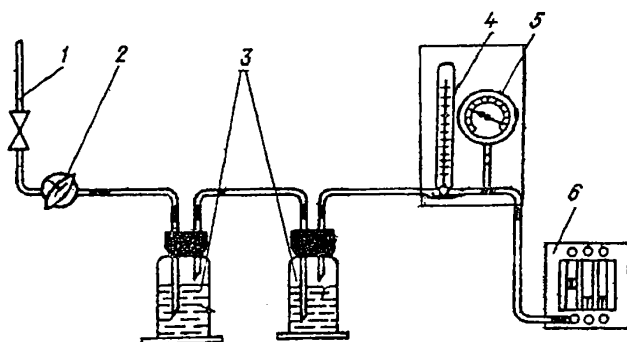


Рис А.1 – Схема установки для отбора проб

1 – пробоотборная трубка; 2 – кран; 3 – поглотители; 4 – термометр;
5 – манометр вакуумметр; 6 – аспиратор.



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ
(РОСПРИРОДНАДЗОР)
ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ
ТЕХНОГЕННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ»
(ФБУ «ФЦАО»)

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 016/01.00301-2010/2012

Методика измерений массовой концентрации формальдегида в
промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом с
ацетилацетоном.

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

разработанная ФБУ «ФЦАО» 117105, г. Москва, Варшавское шоссе, д. 39А,

и содержащаяся в ПНД Ф 13.1.41-2003 «Методика измерений массовой
концентрации формальдегида в промышленных выбросах в атмосферу
фотометрическим методом с ацетилацетоном», 2012 г., на 16 листах.

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с Федеральным
законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и
ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы
материалов по разработке методики (метода) измерений и экспериментальных
исследований.

В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика
(метод) измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 листе.

Директор ФБУ «ФЦАО»



В.И. Цуканов

Дата выдачи: 07.12.2012 г.

117105, г. Москва, Варшавское шоссе, д. 39А, тел./факс: (495) 781-64-95, www.fcao.ru

ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 016/01.00301-2010/2012 об аттестации
методики измерений массовой концентрации формальдегида в промышленных
выбросах в атмосферу фотометрическим методом с ацетилацетоном
на 1 листе

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения показателей повторяемости, правильности и точности методики

| Диапазон измерений, мг/м^3 | Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r , % | Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности $P=0,95$), $\pm\delta_c$, % | Показатель точности ¹ (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$), $\pm\delta$, % |
|-------------------------------------|--|--|---|
| От 0,25 до 10 вкл. | 7 | 19 | 24 |

Таблица 2 – Диапазон измерений, значения предела повторяемости при доверительной вероятности $P=0,95$

| Диапазон измерений, мг/м^3 | Предел повторяемости (относительные значения допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений) r , % |
|-------------------------------------|---|
| От 0,25 до 10 вкл. | 20 |

Начальник отдела ФБУ «ФЦАО»

Эксперт-метролог (Сертификат № RUM 02.33.00389-2,

дата выдачи: 12.11.2012 г.)



Т.Н. Попова

¹ Соответствует расширенной стандартной неопределенности при коэффициенте охвата $k = 2$