

СОГЛАСОВАНО:



Директор  
Института атмосферы

В.Б. Милев

УТВЕРЖДАЮ:



Директор  
ООО НПФ «Экосистема»

П.А. Боговлянский

3 июня 2005 г.

## Дополнения и изменения

### к «Методике выполнения измерений массовой концентрации формальдегида в промышленных выбросах в атмосферу фотоколориметрическим методом с ацетилацетоном» М-16

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

#### 1. Характеристики погрешности измерений

Расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата 2):  $0,25 C$ , где  $C$  – результат измерений массовой концентрации формальдегида,  $mg/m^3$ .

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

#### 10. Контроль точности результатов измерений

10.1 Контроль размаха значений оптической плотности градуировочного раствора – проводится при построении градуировочной характеристики:

$$\frac{D_{i\max} - D_{i\min}}{D_{i\text{ср}}} \cdot 100 \leq K_{\text{раз}} \quad (11)$$

где:

$D_{i\max}$ ,  $D_{i\min}$ ,  $D_{i\text{ср}}$  – максимальное, минимальное и среднее значение оптической плотности в  $i$ -том градуировочном растворе;

$K_{\text{раз}}$  – норматив контроля в относительной форме (допускаемое расхождение результатов  $n$  измерений), соответствующий вероятности 0,95, %;

$K_{\text{раз}}=20\%$  (при градуировке:  $n=5$ );

$K_{\text{раз}}=14\%$  (при контроле стабильности градуировочной характеристики:  $n=2$ ).

10.2 Проверка приемлемости (контроль погрешности построения) градуировочной характеристики, полученной в условиях повторяемости.

Контроль проводится при каждом построении градуировочной характеристики.

Результат контроля признаётся приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{|D_{\text{иср}} - D_{\text{рас}}|}{D_{\text{рас}}} \cdot 100 \leq K_{\text{гр}} \quad (12)$$

где:

$D_{\text{рас}}$  – оптическая плотность  $i$  - того градуировочного раствора, вычисленная по формуле (4) для соответствующего значения  $m$ ;

$K_{\text{гр}}$  - норматив контроля в относительной форме, %;

$K_{\text{гр}} = 10\%$

10.3 Периодический контроль стабильности градуировочной характеристики в условиях повторяемости.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводится не реже одного раза в квартал, а так же при смене реактивов. Контроль проводится по градуировочным растворам начала, середины и конца диапазона ГХ. Контрольные растворы готовят согласно табл. 1, каждый раствор приготавливают и исследуют 2 раза. Результат контроля признаётся приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{|m_k - m_i|}{m_i} \cdot 100 \leq K_{\text{ст}} \quad (13)$$

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

$K_{\text{ст}} = 15\%$ ;

$m_i$  - масса формальдегида в  $5,0 \text{ см}^3$   $i$  - того контрольного раствора (согласно таб. 1), мкг;

$m_k$  - масса формальдегида в  $5,0 \text{ см}^3$  контрольного раствора, найденная по методике и рассчитанная по формуле (4), мкг. Значение  $m_k$  вычисляется как среднее арифметическое 2-х определений, расхождение между которыми не должно превышать 15 %.

*Примечание:* Если в лаборатории анализ проводится эпизодически, то рекомендуется проводить данный контроль перед каждой серией проб. В этом случае контроль проводят по одной концентрации, значение которой приближается к ожидаемому.

10.4 Проверка приемлемости (контроль сходимости) результатов измерений массовой концентрации формальдегида в параллельно отобранных пробах, в условиях повторяемости

Контролируемым параметром является относительный размах результатов 2-х параллельных определений, отнесенный к среднему арифметическому ( $C_{\text{ср}}$ ). Контроль проводится при выполнении каждого измерения. Результат контроля признаётся приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{C_{\text{max}} - C_{\text{min}}}{C_{\text{ср}}} \cdot 100 \leq R \quad (14)$$

где:

$C_{\text{max}}$ ,  $C_{\text{min}}$  – максимальное и минимальное значение массовой концентрации в параллельных определениях,  $\text{мг}/\text{м}^3$ .

$R$ -норматив контроля в относительной форме (допустимый размах значений результатов измерений в относительной форме, соответствующий вероятности 0,95), %;

**R = 30 %.**

При постоянной работе рекомендуется регистрировать результаты контроля на контрольных картах (карте средних значений и карте размахов), 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.