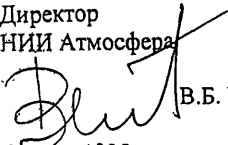


ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ
И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

Научно-исследовательский институт охраны атмосферного воздуха
НИИ Атмосфера

УТВЕРЖДАЮ:

Директор
НИИ Атмосфера


В.Б. Миляев
6 июня 2005 г.

дополнения и изменения

к «Методике выполнения измерений массовой концентрации диоксида серы в
отходящих газах от котельных, ТЭЦ, ГРЭС»
ПНД Ф 13.13-97

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 диоксида серы, $\text{мг}/\text{м}^3$.

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

Стандартное отклонение повторяемости результатов измерений массовой концентрации диоксида серы (выраженное в относительной форме) $\sigma_r = 5,7\%$

11. Контроль точности результатов измерений

11.1. Проверка приемлемости (контроль сходимости) результатов титрования, полученных в условиях повторяемости.

Проверку осуществляют при анализе проб по величине размаха между двумя результатами параллельных титрований одной пробы.

Результат проверки признаётся приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{|V_1 - V_2|}{\bar{V}} \cdot 100 \leq d \quad (11.1)$$

где: V_1 и V_2 – объем раствора титранта, пошедший на титрование аликвоты пробы, см^3 ;

\bar{V} – среднее арифметическое значение результатов титрования, см^3 ;

d – норматив контроля в относительной форме (допустимое расхождение результатов титрования), соответствующий вероятности 0,95;

$d = 5\%$.

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

11.2. Проверка приемлемости (контроль сходимости) и правильности (погрешности) результатов измерений в условиях повторяемости

Проверка (контроль) осуществляется на этапе освоения методики, либо по требованию организации, которая контролирует лабораторию, применяющую настоящую методику.

Контроль осуществляется путем анализа ГСО состава газовой смеси SO₂ в N₂. При контроле проводится параллельный отбор и анализ двух проб. Измерение и обработка результатов проводятся в соответствии с п.8, 9 методики.

Результат проверки признаётся приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{|C_1 - C_2|}{C_{cp}} \times 100 \leq d_n \quad (11.2)$$

где: C_{cp} - среднее значение концентрации, мг/м³;

C_1, C_2 - результаты двух параллельных измерений, мг/м³;

d_n - норматив контроля в относительной форме (допустимое расхождение результатов двух параллельных измерений), соответствующий вероятности 0,95;

$d_n = 16\%$.

Результат проверки признаётся правильным при выполнении условия:

$$\frac{|C_{сво} - C_{cp}|}{C_{сво}} \times 100 \leq K \quad (11.3)$$

где: $C_{сво}$ - массовая концентрация SO₂, согласно паспорта ГСО;

C_{cp} - среднее значение результатов двух параллельных измерений, мг/м³;

K - норматив контроля в относительной форме (допустимое расхождение среднего значения результатов двух параллельных измерений с опорным значением), соответствующий вероятности 0,95;

$K = 20\%$.

Если результаты измерений не удовлетворяют указанному условию, то необходимо проверить чистоту посуды и соответствие посуды и реактивов стандартам или техническим условиям. Затем повторно отобрать две пробы и повторить проверку.

При постоянной работе рекомендуется регистрировать результаты контроля на контрольных картах (карта средних значений для \bar{C}_i), 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.