ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды
_____ А.А.Соловьянов
«11» ноября 1998 г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА И ВЫБРОСОВ В АТМОСФЕРУ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ ОБЪЕМНЫХ ДОЛЕЙ ВОДОРОДА, КИСЛОРОДА, АЗОТА, МЕТАНА, ОКСИДА И ДИОКСИДА УГЛЕРОДА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ И ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

ПНД Ф 13.1:2.22-98

Методика допущена для целей государственного экологического контроля

Москва 1998 г.
(издание 2005 г.)

Право тиражирования и реализации принадлежит ФГУ «ФЦАО»

Методика рассмотрена и одобрена научно-техническим советом ФГУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия на окружающую среду» (ФГУ «ФЦАО»)

В соответствии с требованиями ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002 ÷ ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и на основании свидетельства о метрологической аттестации № 224.02.11.042/2005 в МВИ внесены изменения ***(Протокол № 2 заседания НТС ФГУ «ФЦАО» от 04.05.2005).***

Настоящий документ устанавливает методику выполнения измерений объемной доли водорода, кислорода, азота, метана, оксида и диоксида углерода в воздухе рабочей зоны и промышленных выбросах (дымовых газах нагревательных печей, выбросах газомоторных компрессоров, реакторов каталитических процессов и т.п.).

Диапазон измерений объемной доли определяемых компонентов, %:

водорода	от 0,1 до 1,0 вкл.
кислорода	от 1,0 до 21 вкл.
азота	от 70 до 90 вкл.
метана	от 0,05 до 10 вкл.
оксида углерода	от 0,05 до 10 вкл.
диоксида углерода	от 0,3 до 5,0 вкл.

1 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ И ЕЕ СОСТАВЛЯЮЩИХ

Настоящая методика обеспечивает получение результатов измерений с погрешностью, не превышающей значений, приведённых в таблице 1.

Т а б л и ц а 1 - Значения показателей точности, правильности, повторяемости, воспроизводимости

Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости). σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0,95). $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), $\pm\delta$, %
4	7	10	17

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 в конкретной лаборатории.

2 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Газовый хроматограф с детектором по теплопроводности, предел детектирования по пропану не более $1{,}0 \cdot 10^{-8}$ г/см^3.

Система обработки данных (допускается применять линейку измерительную металлическую с ценой деления 1 мм, ГОСТ 427-75, и лупу измерительную, ГОСТ 25706-83).

Хроматографические колонки из нержавеющей стали, длиной 2 м и 0,4 м, внутренним диаметром 3 мм.

Секундомер, кл.3, цена деления 0,2 сек.

Термометр стеклянный лабораторный с пределом измерений от 0 до 450°С, ГОСТ 29224-91.

Термометр стеклянный лабораторный, пределы 0-50°С, цена деления 0,5°С, ГОСТ 29224-91.

Барометр-анероид, цена деления 0,2 кПа.

Комплект поверочных газовых смесей, ТУ 6-16-2356-92 согласно табл.2.

Таблица 2

№ смеси п/п	Номер ГСО по реестру	Номинальное значение объемной доли компонента в смеси, %	Пределы допускаемой погрешности, %
Водород в воздухе			
1	4266-88	0,21 ± 0,02	± 01,01
2	3947-87	0,50 ± 0,05	± 0,03
3	3947-87	1,00 ± 0,05	± 0,03
Кислород в азоте			
1	3719-87	1,00 ± 0,10	± 0,03
2	3726-87	5,0 ± 1,0	± 0,1
3	3726-87	10,0 ± 1,0	± 0,1
4	3727-87	20,0 ± 1,0	± 0,1
5	3726-87	30,0 ± 1,0	± 0,1

Продолжение табл. 2

№ смеси п/п	Номер ГСО по реестру	Номинальное значение объемной доли компонента в смеси , %	Пределы допускаемой погрешности, %
Метан в азоте			
1	3865-87	0,050 ± 0,005	± 0,002
2	3872-87	0,250 ± 0,025	± 0,010
3	3878-87	1,00 ± 0,10	± 0,02
4	3885-87	5,0 ± 0,5	± 0,08
5	3885-87	9,5 ± 0,5	± 0,08
Оксид углерода в азоте			
1	3810-87	0,050 ± 0,005	± 0,002
2	3814-87	0,250 ± 0,025	± 0,010
3	3819-87	1,00 ± 0,10	± 0,016
4	3832-87	5,0 ± 0,5	± 0,1
5	3835-87	10,0 ± 1,5	± 0,2
Диоксид углерода в азоте			
1	3760-87	0,30 ± 0,05	± 0,008
2	3764-87	1,00 ± 0,10	± 0,02
3	3773-87	3,0 ± 0,5	± 0,08
4	3779-87	9,0 ± 1,5	± 0,2
5	3779-87	15,0 ± 1,5	± 0,2

Примечание. Допускается применять газовые смеси (ГСО), в которых значение объёмной доли определяемого компонента отличается от вышеуказанного не более чем на ± 20 %, а погрешность не превышает значений, указанных в таблице 2.

Аспиратор Коро, ГОСТ 18954-73.

Аспиратор для отбора проб воздуха, модель 822, ТУ 64-1-862-77.

Шкаф сушильный.

Печь муфельная, обеспечивающая нагрев до 1000°С.

Набор сит "Физприбор" или сита аналогичного типа.

Эксикатор, ГОСТ 25336-82.

Камеры резиновые.

Сетка проволочная или

Стекловолокно, ГОСТ 10727-74.

Посуда лабораторная фарфоровая, ГОСТ 9147-73.

Натрий хлористый, ГОСТ 4233-77.

Ацетон, чистый для хроматографии, ТУ 6-09-1707-77.
Этанол, для хроматографии, ТУ 6-09-1710-77.
Цеолиты типа СаХ.
Активированный уголь типа АГ-3, АРТ-2.
Аргон газообразный, высший сорт, ГОСТ 10157- 73.
Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

Примечание. Допускается замена указанных средств измерений, вспомогательных материалов и реактивов на аналогичные, не уступающие им по метрологическим и техническим характеристикам.

3 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Метод основан на газохроматографическом разделении компонентов газовой пробы и последующей их регистрации детектором по теплопроводности. Для нахождения объёмной доли определяемого компонента применяется метод абсолютной градуировки.

4 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

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

4.2 Электробезопасность при работе с электроустановками, ГОСТ 12.1.019-79.

4.3 Организация обучения работающих безопасности труда, ГОСТ 12.0.004-90.

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

5 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К проведению измерений и обработке результатов допускаются лица, имеющие высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы на газовом хроматографе и в химической лаборатории, прошедшие инструктаж по технике безопасности, освоившие метод в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

6 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При проведении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	20±10°С;
атмосферное давление	84,0-106,7 кПа (630-800 мм рт.ст.);
влажность воздуха	не более 80% при температуре 25°С;
напряжение в сети	220±22 В;
частота переменного тока	50±1Гц.

При измерениях объёмной доли водорода, кислорода, азота, метана, оксида углерода должны соблюдаться следующие условия:

Длина колонки, м	2
Диаметр колонки, мм	3
Сорбент	цеолиты СаХ, фр.0,25-0,50 мм
Температура термостата, °С	50
Газ-носитель	аргон
Расход газа-носителя, $см^3$/мин	20
Ток моста детектора, мА	65 - 75
Объем пробы, $см^3$	1
Скорость движения ленты потенциометра, мм/ч	240
Время хроматографического анализа, мин.	10

При измерениях объёмной доли диоксида углерода должны соблюдаться следующие условия:

Длина колонки, м	0,4
Диаметр колонки, мм	3
Сорбент	уголь АГ-3 или АРТ-2, фр.0,25-0,50 мм
Температура термостата, °С	50
Газ-носитель	аргон
Расход газа-носителя, $см^3$/мин	20
Ток моста детектора, мА	65 - 75
Объем пробы, $см^3$	1

Скорость движения ленты потенциометра, мм/ч	240
Время хроматографического анализа, мин.	5
Отношение выходного сигнала хроматографа к шуму должно быть не менее:	
для азота и кислорода	50 : 1
для остальных компонентов	20 : 1 (При отсутствии системы обработки данных минимальная высота пика: для азота и кислорода - 50 мм; для остальных компонентов - 20 мм).

На рис. 1 (Приложение А) приведены типовые хроматограммы смеси, содержащей водород, кислород, азот, метан, оксид и диоксид углерода.

Эффективность разделительной колонки признаётся удовлетворительной, если степень разрешения (R_s) для кислорода и азота не менее 1,5. Степень разрешения вычисляют по формуле:

$$R_s = \frac{t_2 - t_1}{\mu_1 + \mu_2} \qquad (1)$$

где t_1 и t_2 - времена удерживания кислорода и азота, с;

μ_1 и μ_2 - ширина пиков кислорода и азота на половине их высоты, мм.

При наличии системы обработки данных μ_1 и μ_2 можно рассчитать по формулам:

$$\mu_1 = \frac{S_1}{h_1} \qquad (2)$$

$$\mu_2 = \frac{S_2}{h_2} \qquad (3)$$

где h_1, h_2, и S_1, S_2 - высоты и площади пиков кислорода и азота.

При нарушении указанного условия необходимо провести регенерацию колонки.

7 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

7.1 Подготовка хроматографической колонки

Подготовку колонки выполняют согласно инструкции по монтажу и эксплуатации хроматографа.

7.2 Подготовка хроматографа

Подключение хроматографа к сети, проверку на герметичность и вывод на режим выполняются согласно инструкции по монтажу и эксплуатации прибора.

Методикой предусмотрена установка дополнительного крана-дозатора по второй линии газа-носителя.

Принципиальная схема газовой обвязки хроматографа приведена на рис. 2 (Приложение Б).

Колонки, заполненные цеолитом и активированным углем, устанавливают в термостат хроматографа и кондиционируют в токе газа-носителя при 70°С в течение 3 часов.

7.3 Приготовление цеолитов

Цеолиты измельчают, отсеивают фракцию 0,25-0,50 мм, прокаливают в муфельной печи при 350°С в течение 2-4 часов, затем охлаждают в эксикаторе. Подготовку колонки и заполнение сорбентом выполняют согласно инструкции по монтажу и эксплуатации хроматографа. Колонку следует заполнять быстро вследствие гигроскопичности цеолитов.

7.4 Приготовление активированного угля

Уголь измельчают, отсеивают фракцию 0,25 - 0,50 мм, затем отмывают от пыли дистиллированной водой и сушат в фарфоровой чашке при температуре 180-200°С в течение 3-4 часов.

Подготовку колонки и заполнение сорбентом выполняют согласно инструкции по монтажу и эксплуатации хроматографа.

7.5 Регенерация сорбентов

В случае ухудшения разделения компонентов анализируемой смеси проводят регенерацию сорбентов в токе газа-носителя (предварительно отсоединив конец колонки от детектора) при температуре, не превышающей 350°С для цеолитов и 200°С для активированного угля.

7.6 Градуировка хроматографа

Градуировку хроматографа проводят методом абсолютной калибровки, используя поверочные газовые смеси, указанные в табл.2. Ввод каждой смеси в хроматограф осуществляют краном-дозатором три раза. За сигнал принимают высоту пика h, измеренную в условных единицах счета или мм (при наличии системы обработки данных, за сигнал может быть принята площадь пика).

Полученные данные заносят в таблицу 3.

Таблица 3

№ п/п	Объёмная доля компонента в поверочной газовой смеси, %	Измеренное значение высоты пика, мм	Среднее значение высоты пика, мм	Приведенное значение высоты пика, мм
1	C_1	h_{11}; h_{12}; h_{13}	$\bar{h}_1$	$h_{пр1}$
i	C_i	h_{i1}; h_{i2}; h_{i3}	$\bar{h}_i$	$h_{прi}$
m	C_m	h_{m1}; h_{m2}; h_{m3}	$\bar{h}_m$	$h_{прm}$

При анализе каждой градуировочной смеси проверяют выполнение следующего условия:

$$\frac{h_{i\,max} - h_{i\,min}}{\bar{h}_i} 100\% \le 10\%, \qquad (4)$$

где $h_{i\,max}$ - максимальная высота хроматографического пика, мм или ед.сч;

$h_{i\,min}$ - минимальная высота хроматографического пика, мм или ед.сч;

$\bar{h}_i$ - среднее арифметическое высот пиков.

При невыполнении условия (4) анализ градуировочной смеси повторяют. При повторном невыполнении условия (4) выясняют и устраняют причины, приводящие к невыполнению этого условия.

Приведенную высоту пика ($h_{пр}$) рассчитывают по формуле:

$$h_{пр}i = \bar{h}_i \cdot M_i \qquad (5)$$

где M_i - масштаб ослабления выходного сигнала.

По полученным данным определяют градуировочные коэффициенты (К) для каждого компонента по формуле:

$$K = \frac{\sum_{i=1}^{m} C_i \cdot h_{прi}}{\sum_{i=1}^{m} h^2_{прi}} \qquad (6)$$

Примечание. Для градуировки по водороду и азоту используются по три смеси, для остальных компонентов по пять смесей. Значение объёмной доли азота (в %) в поверочной газовой смеси кислорода с азотом вычисляют как разность между 100 и значением объёмной доли кислорода, указанным в паспорте на данную смесь. Абсолютная погрешность вычисленного таким образом значения объёмной доли азота принимается равной 0,3 %.

Градуировочную характеристику признают удовлетворительной при выполнении следующего условия:

$$((K_{max} - K_{min})/K)100\% \leq 15\%, \quad (7)$$

где K_{max} - максимальный из m градуировочных коэффициентов;

K_{min} - минимальный из m градуировочных коэффициентов;

m – число градуировочных коэффициентов;

K – средневзвешенное значение градуировочных коэффициентов, рассчитанное по формуле:

$$K = m/(\sum_{i=1}^{m} 1/K_i) \quad (8)$$

При невыполнении условия (7) выясняют и устраняют причины, приводящие к невыполнению этого условия. После чего повторяют процедуру построения градуировочной характеристики.

В процессе градуировки измеряют атмосферное давление ($P_{гр}$).

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в день, используя одну из газовых смесей, применяемых при градуировке хроматографа.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении следующего условия:

$$\frac{|(h_{пр})_к z - (h_{пр})_{гр}|}{(h_{пр})_{гр}} 100\% \leq 12\%, \quad (9)$$

где $(h_{пр})_к$ - значение приведенной высоты пика, рассчитанное при контроле стабильности градуировочной характеристики, мм или ед.сч.;

$(h_{пр})_{гр}$ - значение приведенной высоты пика, рассчитанное при построении градуировочной характеристики, мм или ед.сч.;

z – поправочный коэффициент, (см. раздел 10).

При невыполнении условия (9) выясняют и устраняют причины, приводящие к нестабильности градуировочной характеристики, и повторяют процедуру контроля стабильности градуировочной характеристики. При повторном невыполнении условия (9) строят новую градуировочную характеристику.

8 ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ

Отбор проб следует проводить в соответствии с ГОСТ Р 50820-95 «Оборудование газоочистное и пылеулавливающее. Методы определения запыленности газопылевых потоков», ПНД Ф 12.1.1-99 «Методические рекомендации по отбору проб при определении концентрации вредных веществ (газов и паров) в выбросах промышленных предприятий». Для проб воздуха рабочей зоны - ГОСТ 12.1.005-88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» при установившемся технологическом режиме работы обследуемого источника выделения загрязняющих веществ в атмосферу.

Отбор проб осуществляют аспиратором Коро. В качестве пробоотборного зонда используется трубка диаметром 6-8 мм, изготовленная из инертного материала (стекло, фарфор, нержавеющая сталь).

Допускается отбор проб производить в резиновые камеры.

Рекомендуемый срок хранения проб не более 5 часов.

9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Компонентный состав рабочих газовых проб определяют на двух хроматографических колонках. Пробу газа из пипетки или резиновой камеры вводят поочередно через краны-дозаторы в первую и вторую колонки. Ввод каждой пробы осуществляют три раза. Если высоты пиков, соответствующие различным компонентам, значительно отличаются друг от друга, то допускается изменять масштаб ослабления выходных сигналов в процессе записи хроматограммы.

Вытеснение пробы в дозу крана-дозатора из пипеток аспиратора Коро осуществляется насыщенным раствором хлористого натрия.

10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Для каждой пробы вычисляют среднее значение высоты пика для каждого компонента (В) по формуле:

$$\bar{h}_B = \frac{1}{3}\sum_{j=1}^{3} h_{Bj}\text{, мм или ед. сч.,} \qquad (10)$$

где h_{Bj} - высоты хроматографических пиков, для которых выполняется условие (4).

При невыполнении условия (4) выясняют и устраняют причины, приводящие к невыполнению условия (4). После чего процедуру, описанную в разделе 9, повторяют.

Для каждой пробы вычисляют значение приведенной высоты пика $h_{B_{пр}}$ (мм или ед. сч.) по формуле (5) раздела 7.6.

Объемную долю определяемого компонента (%) вычисляют по формуле:

$$X = K \cdot h_{пр} \cdot z, \qquad (11)$$

где z - поправочный коэффициент, учитывающий различия в параметрах состояния вводимых в хроматограф газовых смесей при градуировке и при анализе. Коэффициент вычисляется по формуле:

$$z = \frac{P_{гр}}{P_a} \frac{T_a}{T_{гр}}, \qquad (12)$$

где $P_{гр}$ и P_a атмосферное давление при градуировке и при анализе, кПа;

$T_{гр}$ и T_a – температура газа в кране-дозаторе (температура воздуха в помещении) при градуировке и при анализе, К.

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерения, и в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение.

Значение предела воспроизводимости (R, %) при вероятности P=0,95 для всех компонентов равно 19,5.

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде: $X \pm \Delta$, P=0,95,
где Δ - показатель точности методики.

Значение Δ рассчитывают по формуле: $\Delta = 0{,}17X$.

Допустимо результат измерения в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде: $X \pm \Delta_л$, P=0,95, при условии $\Delta_л < \Delta$, где

X – результат измерения, полученный в соответствии прописью методики;

$\pm \Delta_л$ - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории, и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

12 КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений с применением образцов для контроля

Образцами для контроля являются поверочные газовые смеси, содержащие определяемый компонент (табл.2).

Оперативный контроль процедуры измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К.

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = | X_к - С | \qquad (13)$$

где $X_к$ - результат измерений массовой концентрации определяемого компонента в образце для контроля (%), рассчитанный по формуле (11) методики;

С – аттестованное значение образца для контроля, %.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_л,$$

где $\pm \Delta_л$ - характеристика погрешности результатов измерений, соответствующая аттестованному значению образца для контроля. $\Delta_л = 0{,}01 \cdot \delta_л \cdot С$, где $\delta_л$ - относительное значение характеристики погрешности результатов измерений.

Примечание - Допустимо характеристику погрешности результатов измерений при внедрении методики в лаборатории устанавливать на основе выражения: $\Delta_л = 0{,}84\ \Delta$, с последующим уточнением по мере накопления информации в процессе контроля стабильности результатов измерений.

Процедуру измерений признают удовлетворительной, при выполнении условия:

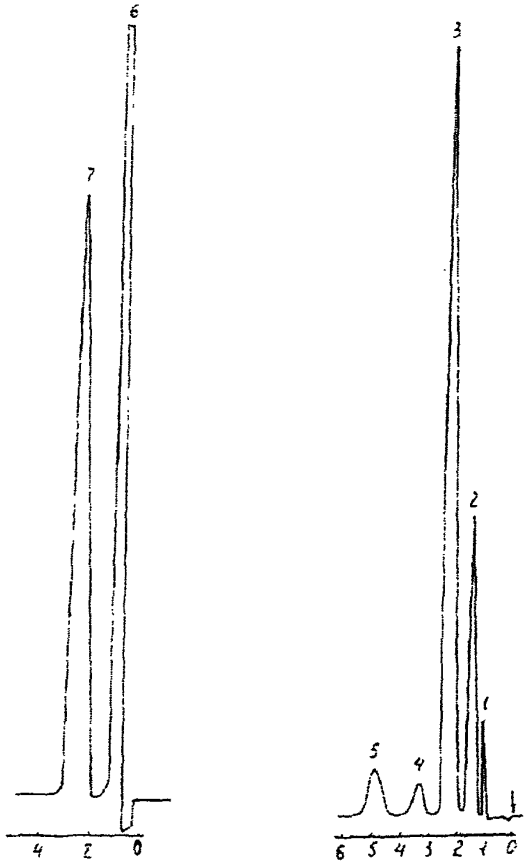
$$K_к \leq K \qquad (14)$$

При невыполнении условия (14) контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении условия (14) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

Периодичность оперативного контроля процедуры измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

ПРИЛОЖЕНИЕ А

ТИПОВАЯ ХРОМАТОГРАММА РАЗДЕЛЕНИЯ КОМПОНЕНТОВ ДЫМОВОГО ГАЗА

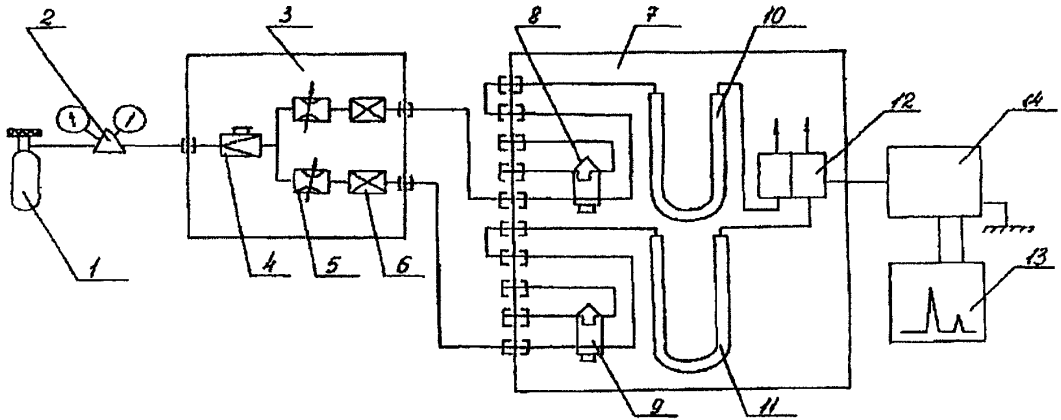


1 – водород; 2 – кислород; 3 – азот; 4 – метан; 5 – оксид углерода; 6 - воздух; 7 – диоксид углерода.

Рис. 1

ПРИЛОЖЕНИЕ Б

ПРИНЦИПИАЛЬНАЯ СХЕМА ОБВЯЗКИ ХРОМАТОГРАФА



1 – баллон с аргоном; 2 – редуктор; 3 – блок подготовки газа; 4 – регулятор давления; 5 – дроссель; 6 – фильтр; 7 – блок анализатора; 8,9 – краны-дозаторы; 10,11 – хроматографические колонки; 12 – детектор; 13 – регистратор; 14 – блок управления.

Рис. 2

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ

ФГУП «УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ» - ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКИЙ ЦЕНТР

«THE URALS RESEARCH INSTITUTE FOR METROLOGY»- STATE SCIENTIFIC METROLOGICAL CENTRE

620219, Екатеринбург, ГСП-824, ул. Красноармейская, 4, каб. 224
Факс: (343)3502-117
Телефон: (343) 3502-295
E-mail: metod224@unim.ru

Dept. 224, 4, Krasnoarmeyskaya Str., 620219, GSP-824, Ekaterinburg, Russia
Fax: (343) 3502-117
Phone: (343) 3502-295
E-mail: metod224@unim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО № 224.02.11. 042 / 2005

CERTIFICATE

об аттестации методики выполнения измерений

Методика выполнения измерений *объемных долей водорода, кислорода, азота, метана, оксида и диоксида углерода в воздухе рабочей зоны и промышленных выбросах методом газовой хроматографии,*

разработанная *Казанским ПНУ «Оргнефтехимзаводы» (г. Казань), ЗАО «ЛЮБЭКОЛ» (г. Москва), МП «БЕЛИНЭКОМП» (г. Новополоцк),*

аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам *метрологической экспертизы материалов по разработке методики выполнения измерений.*

В результате аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

1. Наименование определяемого компонента, диапазон измерений

Наименование определяемого компонента	Диапазон измерений, % (объемная доля)
Водород	От 0.1 до 1 вкл.
Кислород	От 1 до 21 вкл.
Азот	От 70 до 90 вкл.
Метан	От 0.05 до 10 вкл.
Оксид углерода	От 0.05 до 10 вкл.
Диоксид углерода	От 0.3 до 5 вкл.

2. Значения показателей точности, правильности, повторяемости, воспроизводимости

Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta_c$, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0.95), $\pm\delta$, %
4	7	10	17

3. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:

- оперативный контроль процедуры измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм оперативного контроля процедуры измерений приведен в документе на методику выполнения измерений.

Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

4. Дата выдачи свидетельства 2.04.2005

Зам. директора по научной работе С.В. Медведевских