

Государственный Комитет по охране окружающей Среды  
Российской Федерации

**НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
ОХРАНЫ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА**

**МЕТОДИКА**

**выполнения измерений массовой концентрации диоксида серы  
в отходящих газах от котельных, ТЭЦ, ГРЭС и  
других топливосжигающих агрегатов.**

**ПНДФ 13.1.3-97**

**Тиражирование только с разрешения НИИ Атмосфера**

**Санкт-Петербург  
1997 г.**

КОМИТЕТ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

002835  
D.I.MENDELEYEV INSTITUTE FOR  
METROLOGY  
(VNIIM)



ГОСУДАРСТВЕННОЕ  
ПРЕДПРИЯТИЕ  
"ВНИИМ им. Д.И. Менделеева"

State Centre for Measuring  
Instrument Testing and Certification

Государственный сертификационный  
испытательный центр средств измерений

19 Moskovsky pr.  
St. Petersburg  
198005, Russia

Fax (812) 113 01 14  
Phone (812) 251 76 01  
(812) 259 97 59  
E-mail hal@onti.vniim.spb.su

198005  
Санкт-Петербург  
Московский пр., 19

Факс (812) 113 01 14  
Телефон (812) 251 76 01  
(812) 259 97 59  
Телетайп 821 788  
E-mail hal@onti.vniim.spb.su

СВИДЕТЕЛЬСТВО  
CERTIFICATE  
OF COMPLIANCE

№ \_\_\_\_\_

О ГОСУДАРСТВЕННОЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

2420/282-97/0282

Взамен, 2420/198-95/0219

Методика выполнения измерений массовой концентрации диоксида серы, разработанная в Научно-исследовательском институте охраны атмосферного воздуха (НИИ "Атмосфера") и регламентированная в "Методике выполнения измерений массовой концентрации диоксида серы в отходящих газах от котельных, ТЭЦ, и ГРЭС и других топливосжигающих агрегатов", аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563 (ГОСТ 8.010).

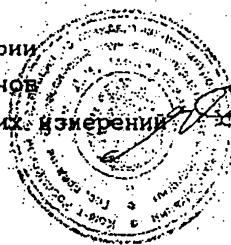
Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке МВИ и экспериментальных исследований

В результате аттестации МВИ установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на обратной стороне свидетельства.

Дата выдачи свидетельства - 18.04.1997 г.

Срок действия МВИ до 18.04.2002 г.

Руководитель лаборатории  
Государственных эталонов  
в области аналитических измерений  
тел. 315-11-45



Л.А. Конопелько

### Метрологические характеристики МВИ

Границы относительной погрешности измерений в диапазоне от 4 до 10000 мг/м<sup>3</sup> составляют  $\pm 20\%$  при доверительной вероятности 0,95.

#### Нормативы оперативного контроля точности результатов измерений:

а) норматив контроля сходимости результатов титрования (согласно п. 11.1 МВИ):

$$d_T = 5\%$$

б) норматив контроля сходимости результатов измерения массовой концентрации диоксида серы (согласно п. 11.2 МВИ):

$$d_H = 16\%$$

в) норматив контроля погрешности результатов измерения массовой концентрации диоксида серы (согласно п. 11.2 МВИ):

$$K = 20\%$$

Ст. научный сотрудник  
Инженер

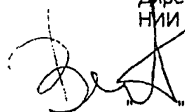


Г.Р.Нежиховский  
Н.К.Левина

Государственный Комитет по охране окружающей Среды  
Российской Федерации

НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ  
ОХРАНЫ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА

УТВЕРЖДАЮ  
Директор  
НИИ Атмосфера



В.Б.Милев

1997 г.

Методика действительна только с  
оригинальной печатью института

МЕТОДИКА

выполнения измерений массовой концентрации диоксида серы  
в отходящих газах от котельных, ТЭЦ, ГРЭС и  
других топливосжигающих агрегатов.

Тиражирование только с разрешения НИИ Атмосфера

Санкт-Петербург  
1997 г.

Настоящая методика предназначена для измерения концентрации диоксида серы в отходящих газах от котельных, ТЭЦ, ГРЭС и других топливосжигающих агрегатов в диапазоне от 4 до 10 000 мг/м<sup>3</sup>.

## 1. Характеристики погрешности измерений

Границы относительной погрешности измерений во всем диапазоне не превышают 20 % при доверительной вероятности 0,95.

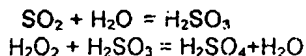
## 2. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

1. Зонд пробозаборный	рис.1
2. Электроаспиратор М-822	ГОСТ 13478-75
3. Весы лабораторные аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104-80Е
4. Меры массы	ГОСТ 7328-82Е
5. Секундомер	ГОСТ 5072-79Е
6. Барометр-анероид М-67	ГОСТ 2369-79Е
7. Термометры ТЛ-2 2-Б-2	ГОСТ 215-73Е
8. Манометр U-образный	ГОСТ 9933-75
9. Колбы мерные 2-1000-2 2-100-2	ГОСТ 1770-74Е
10. Пипетки 5-2-10, 4-2-4; 4-2-1, 4-2-2	ГОСТ 20292-74
11. Цилиндры вместимостью 25, 100, 250 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1777-74
12. Сорбционные трубки СТ-212	ТУ 25-1110.039-82
13. Микробюретки	ГОСТ 20292
14. Колбы конические	ГОСТ 25336
15. Трубки резиновые медицинские	ГОСТ 54962-76
16. Поглотители Рихтера	ТУ 25.11.1136-75
17. Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
18. Бария перхлорат 3-х водный или Бария хлорид 0,1М стандарт-титр	ТУ 6-09-25-40-72
19. Водорода пероксид ч.д.а.	ГОСТ 10929-76
20. Спирт изопропиловый х.ч. или Ацетон ч.д.а.	ТУ 6-09-402-85 ГОСТ 2603-79
21. Кислота серная 0,1М стандарт-титр	ТУ 6-09-2540-72
22. Торон-I ч.д.а.	ТУ 6-09-05-192-74
23. ГСО-ПГС диоксид серы в азоте	6139-91, 5994-91 или 5992-91 ТУ 6-16-2956-92
24. Силикагель любой марки	
25. Глицерин ч.д.а.	ГОСТ 6259-75
26. Натрия карбонат , десятиводный ч	ГОСТ 84-76

Могут быть использованы оборудование и реактивы не уступающие по своим метрологическим характеристикам вышеперечисленным.

### 3. Метод измерений

Основан на свойствах пероксида водорода окислять диоксид серы в процессе его поглощения. Принципиальную схему реакции, протекающей при взаимодействии пероксида водорода с диоксидом серы можно представить в следующем виде.



Количество образовавшейся серной кислоты пропорционально концентрации уповленного и окисленного диоксида серы, который определяют при титровании серной кислоты раствором соли бария в присутствии торона-I в качестве индикатора. Ионы сульфата связывают ионы бария с образованием труднорастворимого соединения  $\text{BaSO}_4$ , выпадающего в осадок. Избыток ионов бария образует комплексное яркоокрашенное соединение с торонам I.

Определению  $\text{SO}_2$  мешают примеси  $\text{SO}_3$ ,  $\text{H}_2\text{S}$ , других серосодержащих соединений, соединения металлов, фосфаты.

Мешающее влияние соединений металлов, фосфатов и серного ангидрида устраняется на стадии отбора проб.

Мешающее влияние сероводорода может быть устранено только при использовании поглотителей Рихтера.

Отбор проб производится в поглотители Рихтера для диапазона 4-10000  $\text{мг/м}^3$  (для диапазона концентраций 500-8000  $\text{мг/м}^3$  могут использоваться СТ-212 с пленочным сорбентом).

### 4. Требования безопасности

При отборе проб для определения диоксида серы в выбросах в атмосферу должны соблюдаться общие правила техники безопасности.

Измерение на свечах, дымовых трубах должны осуществляться в соответствии с ГОСТ 12.2.003-74. Участки газоходов, на которых проводится измерение, должны быть изолированы, если температура стенок выше 45 °С.

Площадки для замеров должны быть ограждены перилами и бортовыми листами согласно требованиям ГОСТ 12.2.062-81.

Работы на высоте следует проводить в соответствии с СНиП Ш-4-80

Производственные помещения, в которых выполняется анализ, должны быть оборудованы приточно-вытяжной вентиляцией. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности (ТБ) при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.018-86 и ГОСТ 12.1.007-76, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12 1 019-79.

## 5. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста химика, 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 оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности

## 6. Условия измерений

При выполнении измерений в лаборатории согласно ГОСТ 15150-69 должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	$20 \pm 10$ °C;
атмосферное давление	84,0-106,7 кПа (630-800 мм рт.ст.);
влажность воздуха	не более 80% при температуре 25 °C;
напряжение в сети	$220 \pm 10$ В

При отборе проб должны выполняться следующие требования

температура газа в газоходке	до 350 °C
избыточное давление ( разрежение)	$\pm 10$ кПа

## 7. Подготовка к выполнению измерений

### 7.1. Приготовление растворов

Поглотительный раствор для поглотителей Рихтера - 3% водный раствор пероксида водорода. В мерную колбу на 1000 см<sup>3</sup> наливают 100 см<sup>3</sup> пероксида водорода и доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора - 1 месяц при хранении в посуде с притертой пробкой в холодильнике.

Поглотительный раствор для СТ-212 - в мерную колбу на 100 см<sup>3</sup> помещают 35 см<sup>3</sup> пероксида водорода, доводят до метки глицерином и тщательно перемешивают. Срок хранения раствора не более 3-х дней в холодильнике.

Раствор перхлората бария с концентрацией 0,1 моль/дм<sup>3</sup> - 19,2 г Ba(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> · 3H<sub>2</sub>O растворяют в мерной колбе на 1000 см<sup>3</sup> в 200 мл дистиллированной воды и доводят до метки изопропанолом. Срок хранения раствора 2 месяца при хранении в посуде с притертой пробкой

Изопропанол может быть заменен ацетоном. Перхлорат бария может быть заменен стандарт-титром хлорида бария, но в этом случае нельзя заменять изопропанол ацетоном.

0,01M раствор перхлората бария готовят соответствующим разбавлением 0,1M раствора 80% раствором изопропанола в воде.

Раствор торона-I. Навеску торона-I 0,20 г растворяют в 100 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Срок хранения раствора 2 месяца при хранении в полиэтиленовой посуде

0,1M раствор серной кислоты: количественно переносят содержимое стандарт-титра в мерную колбу вместимостью 1000 см<sup>3</sup> и доводят объем до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора 1 месяц при хранении в посуде с притертой пробкой.

0,01M раствор серной кислоты готовят соответствующим разбавлением 0,1M раствора серной кислоты дистиллированной водой.

## 7.2. Установление концентрации раствора перхлората бария

Для установления концентрации раствора перхлората бария отбирают аликвоту (2-5 см<sup>3</sup>) 0,1M (0,01M) раствора серной кислоты, добавляют 4-х кратный объем изопропанола, 2 капли индикатора и титруют 0,1M (0,01M) раствором перхлората бария до перехода окраски от желтой к розовой. Концентрацию раствора перхлората бария рассчитывают по уравнению:

$$C_{\text{Ba}} = \frac{C_1 V_1}{V_2} \quad (7.2)$$

где  $C_1$  - концентрация раствора серной кислоты, моль/дм<sup>3</sup>;

$V_1$  - аликвота раствора серной кислоты, см<sup>3</sup>

$V_2$  - объем раствора перхлората бария пошедший на титрование, см<sup>3</sup> (среднее арифметическое результатов двух параллельных титрований при выполнении условий по п.11.1.)

## 7.3. Подготовка поглотителей

В поглотители заливают по 10 см<sup>3</sup> 3% раствора пероксида водорода. В случае если в источнике выбросов ожидается наличие SO<sub>2</sub> в один поглотитель заливают 10 см<sup>3</sup> 80% раствора изопропанола.

## 7.4. Подготовка сорбционных трубок.

Новые трубки помещают в стакан, заливают 10-20%-ным раствором соды и кипятят в течение 30 мин. Тщательно промывают трубки сначала водопроводной водой, затем дистиллированной и сушат при температуре 120-150 °С. Бывшие в употреблении трубки промывают водопроводной водой (не менее 100 см<sup>3</sup>), а затем дистиллированной и вновь сушат для последующих анализов. Слой стеклянных гранул пропитывают раствором реактива следующим образом: в вертикально поставленную трубку входным отверстием вверх через перфорированную перегородку заливают с помощью пипетки 0,5 см<sup>3</sup> поглотительного раствора. Для обеспечения равномерного смачивания с помощью резиновой груши, надетой на выходной конец трубки, раствор перемещают по поверхности стеклянных гранул. Подготовленные к отбору проб трубки хранят в герметично закрытой посуде (пробирке).



## 8. Отбор проб

Для отбора проб газа собирают установку в соответствии с рис.2.

Все соединения должны выполняться встык. При отборе проб газа с возможным содержанием  $\text{SO}_3$  перед поглотителями с пероксидом водорода устанавливают поглотитель с раствором изопропанола и фильтр с стекловолокном.

Количество поглотителей и скорость отбора проб в зависимости от предполагаемой концентрации диоксида серы в газоходе приведены в таблице I

Таблица I

Количество поглотителей и скорость отбора проб в зависимости от концентрации  $\text{SO}_2$

Концентрация диоксида серы в отходящих газах, $\text{мг/м}^3$	Количество поглотителей	Скорость отбора пробы, $\text{дм}^3/\text{мин}$
от 4 до 1000	1	1
свыше 1000 до 4000	1	0,5
свыше 4000 до 10000	2	0,5

Таблица 2

Объем отбираемой пробы в СТ-212 в зависимости от предполагаемой концентрации  $\text{SO}_2$

Концентрация диоксида серы, $\text{мг/м}^3$	Объем газовой пробы, $\text{дм}^3$
от 500 до 2000	4 - 7
свыше 2000 до 8000	1,5 - 2,0

Перед началом отбора проб проводят проверку системы на герметичность для чего перекрывают вход в газозаборный зонд и включают электроаспиратор. Если в течение 1 мин значения расхода газа на ротаметре упадут до нуля, то система считается герметичной.

Отбор проб производят в течение 20 мин со скоростью указанной в табл. I. По истечении времени отбора проб поглотители отсоединяют от газозаборной трубки и в случае возможности присутствия в анализируемой пробе сероводорода или сероорганических соединений присоединяют на вход в газозаборную систему патрон с активированным углем или силикагелем и производят продувку воздухом в течение 10-15 мин со скоростью 1  $\text{дм}^3/\text{мин}$ .

Поглотители с отобранными пробами закрывают заглушками и транспортируют в лабораторию. Срок хранения отобранных проб при хранении в холодильнике 1 неделя.

При отборе проб в сорбционные трубки скорость отбора должна составлять не более 0,2-0,3 дм<sup>3</sup>/мин, необходимый объем пробы в зависимости от ожидаемой концентрации приведен в табл.2.

Сорбционные трубки сразу же после окончания отбора помещаются в пробирки входным отверстием вверх. Могут храниться в закупоренном виде до проведения анализа в течение 7-и суток.

### 9. Выполнение измерений

Аликвоту пробы (2-5 см<sup>3</sup>) помещают в коническую колбу, добавляют изопропанол в соотношении 1:4 и титруют раствором перхлората бария из микробюретки в присутствии 2-х капель торона-1 до перехода желтой окраски в розовую.

При использовании СТ, после отбора пробы газа ее подсоединяют к системе промывки. Для этого в стаканчик наливают 9,5 мл 80% изопропанола, в этот же стакан помещают сорбционную трубку. К входной части сорбционной трубки присоединяют резиновую грушу и с ее помощью прокачивают воду через сорбционную трубку 8-10 раз.

Дальнейший ход анализа, как описано выше.

Производят не менее двух параллельных титрований одинаковых аликвот.

### 10. Обработка результатов измерений

Объем отобранной пробы, дм<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле 10.1:

$$V = \tau w, \quad (10.1)$$

где  $\tau$  - время отбора проб, мин

$w$  - скорость отбора проб, дм<sup>3</sup>/мин

Объем газовой пробы приведенной к нормальным условиям (101,3 кПа, 0 °С) рассчитывают по формуле 10.2.

$$V_0 = V \frac{273,2 (P \pm \Delta P)}{101,3 (273,2 + t)} \quad (10.2)$$

где  $P$  - атмосферное давление, кПа

$\Delta P$  - разрежение (избыточное давление) перед аспиратором, кПа

$t$  - температура газа перед аспиратором, °С.

Массовую концентрацию диоксида серы мг/м<sup>3</sup> рассчитывают по формуле 10.3

$$C_{SO_2} = \frac{10 \cdot C \cdot V_t \cdot 32 \cdot 1000}{V_{ал} \cdot V_0} \quad (10.3)$$

где  $V_T$  - объем раствора соли бария пошедший на титрование,  $\text{см}^3$   
 $V_{\text{эл}}$  - объем поглотительного раствора взятого для титрования,  $\text{см}^3$

В случае использования двух поглотителей анализ и расчет для каждого из них производится по отдельности и результаты суммируются.

За результат измерения концентрации диоксида серы принимают среднее арифметическое значение параллельных титрований.

## 11. Контроль точности результатов измерений

### 11.1. Контроль сходимости результатов титрования.

Контроль осуществляют при анализе проб по величине размаха между двумя результатами параллельных титрованиями одной пробы.

Результат контроля признаётся положительным 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,  $\text{см}^3$

$\bar{V}$  - среднее арифметическое значение результатов титрования,  $\text{см}^3$

$d$  - норматив контроля сходимости результатов титрования, %,  $d=5\%$

### 11.2. Контроль сходимости и погрешности результатов измерений.

Контроль осуществляется на этапе освоения методики, либо по требованию организации, которая контролирует лабораторию, применяющую настоящую методику.

Контроль осуществляется путём анализа ГСО состава газовой смеси  $\text{SO}_2$  в  $\text{N}_2$ . При контроле проводится параллельный отбор и анализ двух проб. Измерение и обработка результатов проводится в соответствии с п.8.9 методики. Результаты контроля считаются положительными при выполнении условия

$$\frac{|C_1 - C_2|}{C_{\text{ср}}} \cdot 100 \leq d_n \quad (11.2)$$

где  $C_{\text{ср}}$  - среднее значение концентрации,  $\text{мг/м}^3$

$C_1, C_2$  - Результаты двух параллельных измерений,  $\text{мг/м}^3$

$d_n$  - норматив контроля, %,  $d_n = 16\%$

$$\frac{|C_{\text{ГСО}} - C_{\text{ср}}|}{C_{\text{ГСО}}} \cdot 100 \leq K \quad (11.3)$$

$C_{\text{ГСО}}$  - Массовая концентрация  $\text{SO}_2$ ,  $\text{мг/м}^3$ , согласно паспорта ГСО

$C_{\text{ср}}$  - Среднее значение результатов двух параллельных измерений,  $\text{мг/м}^3$

$K$  - норматив контроля, %,  $K = 20\%$ .

**12. Оформление результатов измерений.**

Результат измерения округляется до 2-х значащих цифр и записывается в виде:

$$( X \pm 0,20X ) \text{ мг/м}^3 \quad (12.1)$$

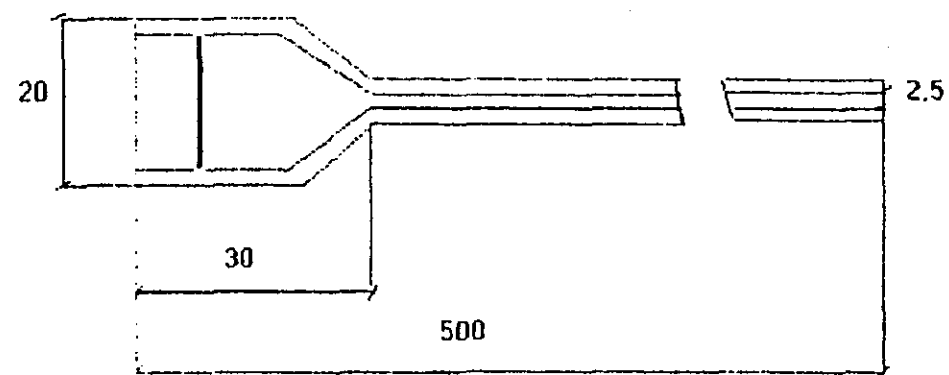


Рис. 1

Грубка проболотборки из стекла со стеклянным фильтром.  
Размеры приведены ориентировочные.

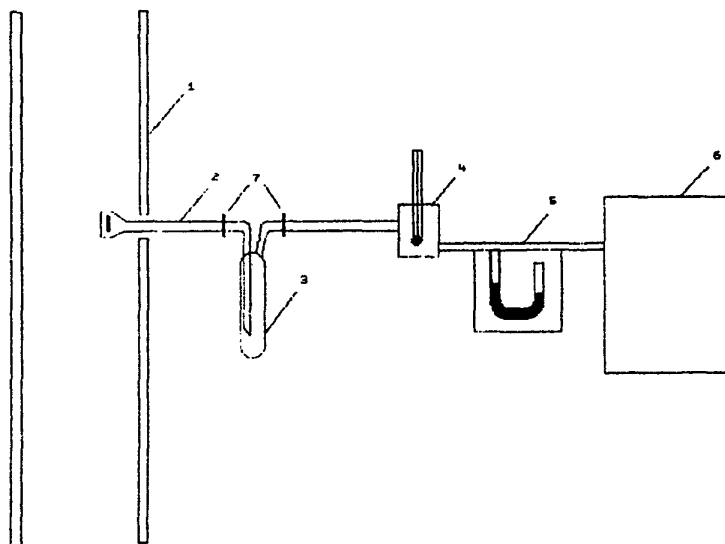


Рис. 2 Схема отбора проб


1 - газопровод, 2 - пробоотборный зонд, 3 - поглотитель, 4 - термометр, 5 - U-образный манометр, 6 - аспиратор, 7-зажимы.

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ  
И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

Научно-исследовательский институт охраны атмосферного воздуха  
НИИ Атмосфера

УТВЕРЖДАЮ:

Директор  
НИИ Атмосфера

 В.Б. Мильяев  
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,  $\text{мг/м}^3$ .

*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,  $\text{см}^3$ ;

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

$d$  – 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 SO<sub>2</sub> в N<sub>2</sub>. 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/м<sup>3</sup>;

$C_1, C_2$  - результаты двух параллельных измерений, мг/м<sup>3</sup>;

$d_n$  - 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:

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

где:  $C_{сч}$  - массовая концентрация SO<sub>2</sub>, согласно паспорта ГСО;

$C_{cp}$  - среднее значение результатов двух параллельных измерений, мг/м<sup>3</sup>;

$K$  - 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  $C_i$ ), 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.





Федеральное государственное  
унитарное предприятие «Всероссийский  
научно-исследовательский институт  
метрологии им. Д.И.Менделеева»

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

198005, Санкт-Петербург, Московский пр., 19  
Тел. 251-76-01, факс 113-01-14  
e-mail: info@vniim.ru, http://www.vniim.ru  
ОКПО 02566450

Директору Научно-  
исследовательского института  
охраны атмосферного воздуха  
НИИ Атмосфера  
Миляев В.Б.

18.03.2001 № 2420-12 9/4  
на № 148/33-09 от 05.03.02

На № 178/133-09 от 05.03.02

Настоящим письмом снимается ограничение срока действия ниже перечисленных свидетельств о метрологической аттестации методик выполнения измерений:

- № 2420/788-96/0782 от 23.12.96 (Методика хроматографического измерения концентрации бензина, уайт-спирита и сольвента в промышленных выбросах с использованием одноразового пробоотборника),
- № 2420/789-96/0783 от 23.12.96 (Методика газохроматографического измерения концентрации ацетона, этанола, бутанола, толуола, этилацетата, бутилацетата, изоамилацетата, этилцеллозольва, и циклогексана в промышленных выбросах с использованием универсального одноразового пробоотборника)
- № 2420/790-96/0784 от 23.12.96 (Методика газохроматографического измерения концентрации бензола, толуола, ксилолов и стирола в промышленных выбросах с использованием универсального одноразового пробоотборника),
- № 2420/282-97/0282 от 18.04.97 (МВИ определения диоксида серы в промышленных выбросах в атмосферу от котельных, ТЭЦ, ГРЭС и других топливосжигающих агрегатов),
- № 2420/281-97/0281 от 18.04.97 (Методика выполнения измерений концентрации суммы окислов азота в организованных выбросах котельных, ТЭЦ и ГРЭС).
- № 2420/78-97/078 от 30.01.97 (Методика хроматографического измерения массовой концентрации керосина в промышленных выбросах с использованием универсального одноразового пробоотборника),
- № 2420/280-97/0280 от 18.04.97 (Методика выполнения измерений концентрации оксида углерода от источников сжигания органического топлива газохроматографическим методом).
- № 2420/58-97 от 22.12.97 (Методика выполнения измерений массовой концентрации марганца и его соединений в источниках загрязнения атмосферы фотометрическим методом)

Зам. директора-координатор направления  
по метрологическому обеспечению в области  
физико-химических измерений

А.А. Конопелько