

Государственный Комитет по охране окружающей среды
Российской Федерации

НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ОХРАНЫ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА

**МЕТОДИКА
выполнения измерений массовой концентрации окислов азота
в организованных выбросах котельных, ТЭЦ
и ГРЭС**

Тиражирование только с разрешения НИИ Атмосфера
Санкт - Петербург
1997 г.

Методика предназначена для измерений массовой концентрации суммы оксидов азота (NO_x) в пересчете на NO_2 в организованных выбросах котельных, ТЭЦ и ГРЭС в диапазоне от 1 до 10000 мг/м³ в присутствии оксидов серы до 60000 мг/м³. В присутствие амиака и хлористого водорода в десятикратном избытке по отношению к определяемой массовой концентрации оксидов азота.

1. Характеристики погрешности измерений

Настоящая методика обеспечивает выполнение измерений массовой концентрации оксидов азота с относительной погрешностью $\pm 20\%$ при доверительной вероятности 0,95.

2. Средства измерений, вспомогательные устройства, реагенты и материалы

Таблица 1

| Наименование, марка | Нормативный документ |
|--|----------------------|
| 1 | 3 |
| Фотоэлектроколориметр КФК-3 | ГОСТ 15150-69 |
| Электроаспиратор М-822 | ГОСТ 13478-75 |
| Трубка пробоотборная из стекла со стеклянным фильтром, диаметром, 2,5 мм | рис.1 |
| Весы аналитические ВЛР-200-М | ГОСТ 24104-80 Е |
| Меры массы | ГОСТ 7328-82 Е |
| Секундомер; класс 3; цена деления секундной шкалы 0,2 с | ГОСТ 5072-79 Е |
| Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2 цена деления 1° С, от 0 до 55° С | ГОСТ 215-73 Е |
| Барометр-анероид М-67 | ГОСТ 23696-79 Е |
| Поглотительные пипетки из стекла для отбора проб анализируемого газа, | рис.2 |
| Манометр U-образный | ГОСТ 9933-75 |
| Колбы мерные | ГОСТ 1770-74 Е |
| 2-25-2 | |
| 2-50-2 | |
| 2-100-2 | |
| 2-1000-2 | |
| Пипетки | ГОСТ 29227-91 |
| 4-2-1 | |

| 1 | 3 |
|--|-----------------|
| 2-1-5 | ГОСТ 29227-91 |
| 6-2-10 | |
| 6-2-25 | |
| Цилиндр мерный вместимостью 100 см ³ | ГОСТ 1770-74 Е |
| Колба коническая вместительностью 50 см ³ | ГОСТ 25336-82 Е |
| Трубка резиновая полуvakuumная, тип 1 | ГОСТ 5496-77 |
| Зажимы металлические | ТУ 64-1-964-75 |
| Иглы медицинские, диаметр 0,5 и 0,7 мм | ОСТ 64-1-102-73 |
| Баня водяная | ТУ 46-22-606-75 |
| П-аминобензольсульфокислота, ч.д.а. | ГОСТ 5821-78 |
| N-(I-нафтил)этилендиамин дигидрохлорид (NEDA), ч. | ТУ 6-09-2544-72 |
| Кислота соляная, х.ч. | ГОСТ 3118-77 |
| Натрия нитрит, х.ч. | ГОСТ 4197-74 |
| Натрия гидроксид, х.ч. | ГОСТ 4328-77 |
| Водорода перекись, 30%-ный водный раствор, х.ч. | ГОСТ 10929-76 |
| Вода дистиллированная | ГОСТ 6709-72 |
| Медь сернокислая, ч.д.а. | ГОСТ 4165-78 |
| Кислота серная ($\rho = 1,84 \text{ г/см}^3$) х.ч. | ГОСТ 4204-77 |
| Силикагель марки КСК или МСК | |
| Калий марганцевокислый, х.ч. | ГОСТ 20490-75 |
| ГСО7021-93 нитрит-иона в растворе (в водном растворе) комплект 5А ГСО 7022-93 | |
| Поверочная газовая смесь NO/азот ГСО4429-88 или ГСО4013-87 | ТУ 6-16-2956-92 |

Допускается замена приборов, оборудования и реагентов на аналогичные, не уступающие вышеуказанным по метрологическим характеристикам.

3. Метод измерений

Метод измерений массовой концентрации суммы оксидов азота основан на поглощении NOx поглотительным раствором и переводе в нитрит-ион, затем нитрит-ион и П-аминобензольсульфокислота (сульфаниловая кислота) взаимодействуют с образованием диазосоединения, которое, реагируя с N-(I-нафтил) этилендиамин дигидрохлоридом (NEDA) дает азокраситель. Интенсивность окраски пропорциональна концентрации нитрит-иона. Оптическую плотность раствора измеряют с помощью фотоэлектролориметра при длине волн 540 нм в кюветах с толщиной поглащающего слоя 10 или 50 мм.

4. Требования безопасности

При выполнении измерений массовой концентрации суммы оксидов азота соблюдать требования техники безопасности (ТБ) при работе с химическими реагентами по ГОСТ 12.1.018-86 и ГОСТ 12.1.007-76, требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79. При отборе проб все исполнители должны быть проинструктированы по условиям безопасной работы на предприятии.

5. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускаются лица, имеющие высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшие соответствующий инструктаж, освоившие метод в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля точности результатов измерений.

6. Условия измерений

При выполнении измерений в лаборатории согласно ГОСТ 15150-69 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 ± 10) В. |

При отборе проб должны выполняться следующие требования:
температура газа в газоходе до 250 °С,
избыточное давление (разрежение) ± 10 кПа.

7. Подготовка к выполнению измерений

7.1. Приготовление поглотительного раствора

Поглотительным раствором является щелочной раствор перекиси водорода с CuSO_4 в качестве катализатора.

7.1.1. 8г Гидроксида натрия растворить в примерно 800 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³, затем прилить 17 см³ 30% H_2O_2 , довести дистиллированной водой до метки.

Полученный раствор содержит 0,5 % H_2O_2 при $pH = 13$. Раствор хранится в течение 1 недели в холодильнике.

7.1.2. 0,25г $CuSO_4 \cdot 3H_2O$ растворить в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 см³, довести до метки, затем 10,0 см³ полученного раствора поместить в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и довести до метки дистиллированной водой.

Раствор хранится в течение месяца. Для приготовления поглотительного раствора смешать раствор перекиси водорода с раствором $CuSO_4$ в соотношении 17:1. Раствор готовят перед использованием.

7.2 Приготовление раствора сульфаниловой кислоты (п-амиробензолсульфокислота)

1г сульфаниловой кислоты растворить примерно в 100 см³ дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 200 см³, прибавить 55,6 см³ HCl и довести до метки дистиллированной водой. Раствор хранится в течение 3 месяцев.

7.3 Приготовление раствора N (I-нафтил)этилендиаминдигидрохлорида

0,1г N (I-нафтил) этилендиаминдигидрохлорида (NEDA) растворить в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см³ и довести до метки. Раствор хранится в течение 0,5 месяца.

7.4 Приготовление раствора нитрита натрия

7.4.1 Раствор А (исходный)

375 мг $NaNO_2$ и 0,2 г $NaOH$ растворить в мерной колбе вместимостью 1000 см³ в дистиллированной воде. Содержание нитрит-иона 0,250 мг/см³. Раствор хранится в течение 3 месяцев в холодильнике.

7.4.2 Раствор Б (рабочий)

10,0 см³ раствора $NaNO_2$ (раствор А) поместить в мерную колбу вместимостью 1000 см³, довести до метки дистиллированной водой. Содержание нитрит-иона 0,0025 мг/см³. Раствор готовят перед использованием.

7.4.3 Раствор В (рабочий)

1,0 см³ раствора А поместить в мерную колбу вместимостью 1000 см³, довести до метки дистиллированной водой. Содержание нитрит-иона 0,00025 мг/см³. Раствор готовят перед использованием.

7.5 Приготовление градуировочных растворов

Взять восемь мерных колб вместимостью 50 см³, в соответствии с таб.2 при помощи мерной пипетки внести в них указанный объем рабочих растворов Б или В. Затем внести по 6,0 см³ раствора сульфаниловой кислоты и 2,0 см³ NEDA, довести объем до метки дистиллированной водой, интенсивно

встряхнуть и через 20 мин замерить оптическую плотность полученных градуировочных растворов при длине волны 540 нм в кюветах с толщиной поглащающего слоя 10 мм или 50 мм. Каждый раствор залить в кювету три раза и фотометрировать относительно холостой пробы.

Таблица 2

Таблица приготовления градуировочных растворов

| Номер градуировочного раствора | хол. проб | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
|---|-----------|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| Объём рабочего раствора (Б или В), см ³ | 0 | 2 | 6 | 10 | 12 | 14 | 16 | 18 |
| Масса нитрит - иона в 50см ³ , мкг (р-р Б, ГХ 1, кювета 10 мм). | 0 | 5 | 15 | 25 | 30 | 35 | 40 | 45 |
| Масса нитрит - иона в 50см ³ ,мкг (р-р В, ГХ 2, кювета 50 мм). | 0 | 0,5 | 1,5 | 2,5 | 3,0 | 3,5 | 4,0 | 4,5 |
| Объём сульфаниловой кислоты, см ³ | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 | 6 |
| Объём NEDA, см ³ | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 | 2 |

7.6 Построение градуировочной характеристики (ГХ)

Градуировочная характеристика описывается линейным уравнением:

$$D = A + B m \quad (1)$$

где D - оптическая плотность соответствующая массе нитрит-иона в 50см³ рабочего раствора .

m - масса нитрит-иона в 50 см³ раствора,мкг,

Коэффициенты А и В определяются методом наименьших квадратов по формулам:

$$A = \frac{\sum m_i^2 \sum D_i - \sum m_i \sum m_i D_i}{n \sum m_i^2 - (\sum m_i)^2} \quad (2)$$

где D_i - оптическая плотность i-го градуировочного раствора (среднее арифметическое результатов трёх измерений) относительно холостой пробы,

n - количество градуировочных растворов , n = 7.

m_i - масса нитрит-иона в 50 см^3 i-го градуировочного раствора, мкг.

$$B = \frac{n \sum m_i D_i' - \sum m_i \sum D_i'}{n \sum m_i^2 - (\sum m_i)^2} \quad (3)$$

8. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1 При выполнении измерений следует правильно выбрать объем газовой пипетки, а также аликвоту для анализа в соответствии с таблицей 3.

Таблица 3
Зависимость условия отбора проб и анализа от ожидаемых значений массовой концентрации NO_x

| Ожидаемые значения концентрации NO_x , $\text{мг}/\text{м}^3$ | 1-5 | 5 - 10 | 10-100 | 100-200 | 200-1500 | 1500-10000 |
|--|-----|--------|--------|---------|----------|------------|
| Объем поглотительного раствора, см^3 | 25 | 25 | 25 | 25 | 25 | 25 |
| Аликвота, для анализа, см^3 | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | 2,5 |
| Вместимость пипетки, см^3 | 500 | 500 | 500 | 50 | 50 | 50 |
| Градуировочные характеристики (ГХ) | 2 | 2 | 1 | 2 | 1 | 1 |

Собрать схему в соответствии с рис.3, соединение частей схемы производить встык. Для отбора проб газа использовать газовые пипетки3 с резиновыми трубками и зажимами на концах4, предварительно откалиброванные, чистые и сухие. Для измерения параметров газа перед аспиратором7, следует установить сосуд с термометром и силикагелем5 для защиты аспиратора от влаги и агрессивных газов, манометр6. Для проверки системы на герметичность плотно закрыть отверстие для входа газа зондом2, зажимы4 открыты. Включить электроаспиратор7, создать разрежение в установке. Если в течение 0.5 мин поплавок ротаметра достигает нулевой отметки, установка считается герметичной. В процессе отбора измеряется температура и давление (разрежение) газовой пробы у пипетки. Анализируемым газом пипетку3 промыть в течение 2 - 3 мин со скоростью $0.5 - 2 \text{ дм}^3/\text{мин}$, в объеме равном 7 - 10 кратному объему газовой пипетки, перекрыть зажимы4 (сделать это нужно одновременно), выключить аспиратор7, отсоединить пипетку 3 от системы.

В соответствии с ГОСТ 17.2.3-78 за период 20 мин отобрать несколько (не менее трех) проб и результаты осреднить. Анализ каждой пробы проводить согласно данной методике.

8.2 Заполнение газовой пипетки поглотительным раствором

Объем поглотительного раствора 25 см³, залить при помощи лабораторной пипетки4, разжимая зажимы5, рис.4. Избыток газовой пробы , при заполнении ее раствором вытесняется через медицинскую иглу3, которую вкнуть в другой конец резиновой трубки между зажимами 2,2'. При этом зажим2' открыт. После заполнения пипетки1 поглотительным раствором, зажимы 2',5 перекрыть. Пипетку энергично встряхивать в течение 5 мин, затем провести анализ. В случае использования пипеток с объемом 500 см³, пробу анализировать через 12 часов. Срок хранения отобранный пробы 4 дня.

8.3 Анализ проб

Поглотительный раствор (аликвоту, см. табл.3) из газовой пипетки перенести в мерную колбу вместимостью 50 см³. Поставить ее и холостую пробу на водянную баню, выдерживать пробу в течение 1,0 часа. Затем колбы снять и охладить до комнатной температуры. Для определения полноты разложения H₂O₂ из холостой пробы взять 5 см³ аликвоты прибавить к ней 3 см³ H₂SO₄ разбавленной (1: 5) и 1 каплю 0,316 г/дм³ (0,01н) KMnO₄ , если появляется бледнорозовая окраска считать что H₂ O₂ разложилась полностью. Если окраска исчезает, пробу поместить на водянную баню и выдерживать ее еще 20 минут. Пробы охладить. При помощи мерной пипетки внести в них по 6,0 см³ раствора сульфаниловой кислоты и 2,0 см³ NEDA, довести объем до метки дистиллированной водой , интенсивно встряхнуть и через 20 мин замерить оптическую плотность растворов при длине волны 540 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм или 50 мм. Раствор залить в кювету три раза и фотометрировать относительно холостой пробы.

При ожидаемом значении массовой концентрации NOx от 1 до 5 мг/м³ аликвоту перенести в мерную колбу вместимостью 25 см³ поставить на водянную баню, после охлаждения добавить 3,0 см³ сульфаниловой кислоты , 1,0 см³ NEDA, довести объем до метки дистиллированной водой,затем фотометрировать относительно холостой пробы в кювете с толщиной поглощающего слоя 50 мм.

9. Обработка результатов измерений

Объем отобранный пробы газа (V_r), взятой для анализа, рассчитать по формуле:

$$V_r = V_n - V_p \quad (4)$$

где V_n - объем газовой пипетки, см³,

V_p - объем поглотительного раствора см³.

Объем отобранный пробы газа к нормальным условиям (V_0) см³, привести по формуле:

$$V_0 = \frac{273 \cdot V_p \cdot (P \pm \Delta P)}{101,3 \cdot (273 + T)} \quad (5)$$

где P - атмосферное давление, кПа,
 ΔP - давление (+) разрежение (-) у пипетки, кПа,
 T - температура газовой пробы перед аспиратором, °С.

Массовую концентрацию NO_x (С мг/м³) рассчитать по формуле:

$$C = \frac{m \cdot V_p \cdot 10^3}{V_0 \cdot V_{ap}} \quad (6)$$

где m - масса нитрит- иона,(мкг) в 50 см³ раствора, найденная по градуировочной характеристике по формуле:

$$m = \frac{D_u - A}{B} \quad (7)$$

где D_u - оптическая плотность раствора(среднее арифметическое результатов трёх измерений), измеренная относительно холостой пробы, A, B - коэффициенты, найденные по формулам (2) и (3),
 V_{ap} - объём поглотительного раствора, взятого для анализа, см³

Массовую концентрацию NO_x (С мг/м³) при ожидаемом значении массовой концентрации от 1 до 5 мг/м³ рассчитать по формуле:

$$C = \frac{m \cdot V_p \cdot 10^3}{2 \cdot V_0 \cdot V_{ap}} \quad (8)$$

где m - масса нитрит- иона,(мкг) в 25 см³ раствора, найденная по градуировочной характеристике по формуле (7).

10. Контроль точности результатов измерений

10.1 Контроль сходимости выходных сигналов фотоэлектроколориметра

Контролируемым параметром является относительный размах трех значений оптической плотности раствора, см. п. 8.3. Контроль осуществляется при

проводении градуировки, при периодическом контроле стабильности градуировочной характеристики, а также при анализе. Результат контроля признается положительным при выполнении условия:

$$\frac{D_{\max} - D_{\min}}{D_{cp}} \cdot 100 \leq T_{\Phi} \quad (9)$$

где T_{Φ} - норматив контроля, %,

D_{\max} , D_{\min} - максимальное и минимальное значение оптической плотности раствора,

D_{cp} - среднее арифметическое результатов трех измерений оптической плотности раствора,

$$T_{\Phi} = 2\% \text{, для ГХ1,}$$

$$T_{\Phi} = 5\% \text{, для ГХ2.}$$

10.2 Контроль погрешности построения градуировочной характеристики

Результат контроля признаётся положительным при выполнении условия:

$$\sqrt{\frac{\sum (D_i' - D_i)^2 \cdot 100^2}{(n - 2) \cdot D_i^2}} \leq K_r \quad (10)$$

где K_r - норматив контроля, %.

$$D_i = \frac{\sum D_i'}{n} \quad (11)$$

D_i - оптическая плотность i -го градуировочного раствора, рассчитанная по градуировочной характеристике,

D_i' - оптическая плотность i -го градуировочного раствора (среднее арифметическое результатов трёх измерений) относительно холостой пробы,

n - количество градуировочных растворов, $n=7$,

$$K_r = 3\%.$$

10.3 Периодический контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводится не реже одного раза в квартал, а так же при смене реагентов, места положения фотоэлектроколориметра. Контроль проводится по градуировочным растворам,

приготовленным в соответствии с п. 7.4; 7.5. Для проведения контроля используются два контрольных раствора идентичных градуировочным растворам 2 и 7 по табл.2. Результат контроля признается положительным при выполнении условия:

$$\frac{|m_k - m_l|}{m_l} \cdot 100 \leq K_p \quad (12)$$

где K_p - норматив контроля, %.

m_l - масса нитрит-иона в 50 см³ градуировочного раствора 2 (15 мкг или 1,5 мкг), градуировочного раствора 7 (45 мкг или 4,5 мкг),

m_k - масса нитрит-иона, (мкг) в 50 см³ контрольного раствора, расчитанная по формуле:

$$m_k = \frac{D_k - A}{B} \quad (13)$$

где D_k - оптическая плотность контрольного раствора (среднее арифметическое результатов трёх измерений) относительно холостой пробы, приготовленного в соответствии с п.7.5 табл.2 (градуировочный раствор 2 или 7),

A, B - коэффициенты по формулам (2) и (3),

$K_p = 10\%$.

10.4 Контроль погрешности измерения массовой концентрации нитрит - иона в растворе

Контроль погрешности осуществляется при смене реагентов, на этапе освоения МВИ, по требованию организации, осуществляющей надзор за аттестованными МВИ. Контроль проводится по ГСО 7021- 93 нитрит-иона в растворе (в водном растворе) в одной точке. Результат контроля считается положительным при выполнении условия:

$$\frac{|m_k - m_l|}{m_l} \cdot 100 \leq K_u \quad (14)$$

где K_u - норматив контроля, %,

m_k - масса нитрит-иона в 50 см³ раствора, приготовленного путём разбавления ГСО так, чтобы масса контрольного раствора приходилась на середину градуировочной характеристики, затем по формуле:

$$m_k = \frac{D_k - A}{B} \quad (15)$$

где D_k - оптическая плотность контрольного раствора(среднее арифметическое результатов трёх измерений) относительно холостой пробы, приготовленного путём разбавления ГСО,

$$K_c = 10 \text{ \%}.$$

Например: ГСО 7021-93 нитрит-иона с массовой концентрацией в растворе 1,0 мг/см³. Взять мерную колбу вместимостью 100 см³, внести в неё 1,0 см³ ГСО и довести до метки дистиллированной водой. Из полученного раствора взять 2,0 см³ и поместить в мерную колбу вместимостью 50 см³ затем в соответствии с п.7.5. Масса нитрит-иона в 50 см³ контрольного раствора, $m_i = 20,0 \text{ мкг}$.

10.5 Контроль погрешности результатов измерений массовой концентрации Nox

Контроль погрешности результатов измерений осуществляется на этапе освоения методики и периодически по требованию организации, осуществляющей надзор за аттестованными МВИ. Контроль осуществляется путём анализа ГСО состава газовых смеси NO/ азот. При контроле проводится параллельный отбор и анализ двух проб. Измерение и обработка результатов проводится в соответствии с "см. п.8; 9.методики. Результаты контроля считаются положительными при выполнении условия:

$$\frac{|C_1 - C_2|}{C_{\varphi}} \cdot 100 \leq T_c \quad (16)$$

где T_c - норматив контроля, %,

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

C_{φ} - среднее арифметическая двух параллельных измерений, мг/м³.

$$T_c = 15 \text{ \%}.$$

$$\frac{|K \cdot X_{no} - C_1|}{K \cdot X_{no}} \cdot 100 \leq K_c \quad (17)$$

где K_c - норматив контроля, %,

X_{no} - объемная доля NO, ppm , согласно паспорта ГСО,

K - коэффициент пересчёта объемной доли NO (ppm) в массовую концентрацию NO₂ (мг/м³), $K = 2,05$,

C_1 - Результаты измерений C_1, C_2 .

$l = 1,2$ - номер измерения,
 $K_c = 20 \%$.

11. Оформление результатов измерений

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

$$(C \pm 0,20C) \text{ мг/м}^3 \quad (18)$$

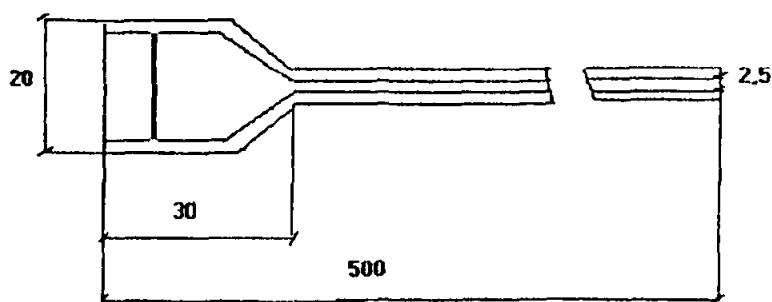


Рис.1

Трубка пробоотборная из стекла со стеклянным фильтром.
Размеры приведены ориентировочно.

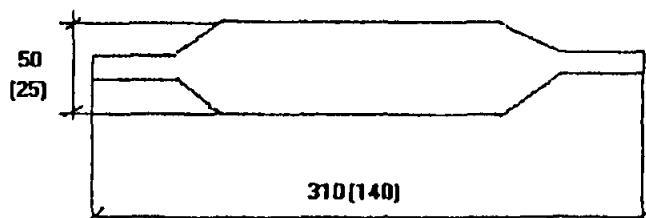


Рис.2

Поглотительная пипетка (газовая) для отбора проб азотистого газа. Размеры приведены ориентировочные. Для пипетки объемом 50 см³ размеры приведены в скобках.

Пипетку объемом 500 см³ выбирают в том случае, если ожидаемая концентрация находится в диапазоне от 1 до 100 мг/м³. Для концентраций в диапазоне от 100 до 10000 мг/м³, следует брать пипетку объемом 50 см³.

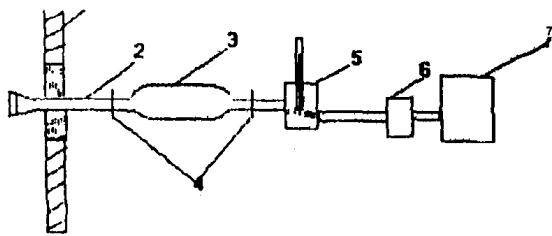


Рис.3

Схема отбора проб газа для анализа с использованием газовых пипеток.
1-газовая,2-пробоотборная трубка,3-газовая пипетка,4-зажимы,5-патрон
с силикателем и термометром,6-манометр,7-спектроанализатор.

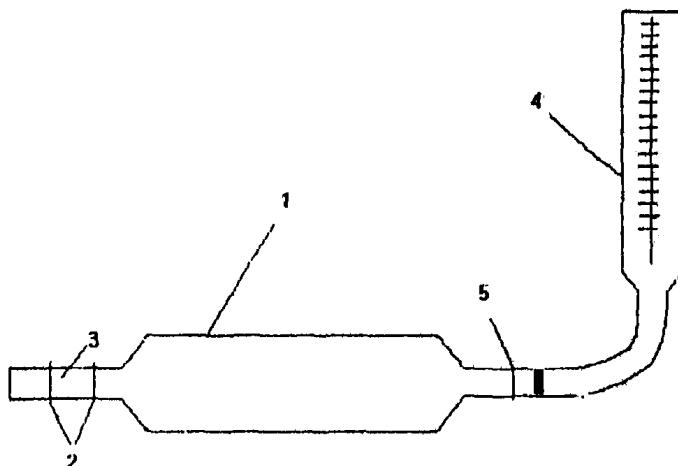


Рис.4

Схема заполнения газовой пипетки поглотительным раствором.
1-газовая пипетка,2,5-зажимы,3-игла,4-лаб.пипетка.

КОМИТЕТ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

D.I.MENDELEYEV INSTITUTE FOR
METROLOGY
(VNIIM)

State Centre for Measuring
Instrument Testing and Certification

19 Moscow pr.
St.Petersburg
19805, Russia

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



ГОСУДАРСТВЕННОЕ
ПРЕДПРИЯТИЕ
“ВНИМ им. Д.И.Менделеева”

Государственный сертификационный
испытательный центр средств измерений

198005
Санкт-Петербург
Московский пр., 19

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

СВИДЕТЕЛЬСТВО
CERTIFICATE
OF COMPLIANCE

№

о ГОСУДАРСТВЕННОЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

2420/281-97/0281

Взамен 2420/ 197-95/0318

Методика выполнения измерений массовой концентрации окислов азота, разработанная в Научно-исследовательском институте охраны атмосферного воздуха (НИИ "Атмосфера") и регламентированная в "Методике выполнения измерений массовой концентрации окислов азота в организованных выбросах котельных, ТЭЦ и ГРЭС", 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 методики

Границы относительной погрешности измерений в диапазоне от 1 до 10000 мг/м³ составляют $\pm 20\%$ при доверительной вероятности 0,95.

Нормативы оперативного контроля точности результатов измерений:

| Контролируемая характеристика | Ссылка на пункт МВИ, регламентирующий процедуру контроля | Норматив контроля |
|---|--|--|
| Сходимость выходных сигналов фотозелектро- колориметра | п. 10.1 | $\tau_\phi = 2\%$ для ГХ 1 $\tau_\phi = 5\%$ для ГХ 2 |
| Погрешность построения градуировочной характеристики | п. 10.2 | $K_T = 3\%$ |
| Стабильность градуировочной характеристики | п. 10.3 | $K_p = 10\%$ |
| Погрешность измерения концентрации нитрит-иона в растворе | п. 10.4 | $K_H = 10\%$ |
| Погрешность результатов измерений массовой концентрации NO _x | п. 10.5 | $\tau_c = 15\%$ $K_c = 20\%$ |

Ст. научный сотрудник
Инженер

Г.Р.Нежиховский
Н.К.Левина