

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, $мг/м^3$.

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_i ;

$K_{\text{гр}}$ - 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 см³ i - того контрольного раствора (согласно таб. 1), мкг;

m_k - масса формальдегида в 5,0 см³ 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_{max} , C_{min} – максимальное и минимальное значение массовой концентрации в параллельных определениях, мг/м³.

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.