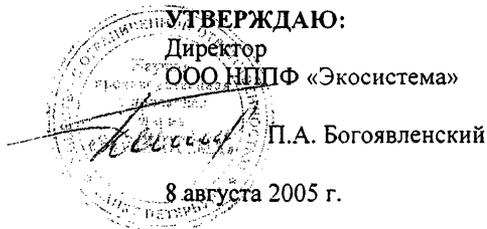


**ООО «Научно-производственная и проектная фирма  
«ЭКОСИСТЕМА»**



Дополнения и изменения

к «Методике определения хлорсодержащих органических соединений (метилхлорида, хлороформа, дихлорэтана, четыреххлористого углерода, эпихлоргидрина, трихлорэтилена, тетрахлорэтилена), а также ацетальдегида и акрилонитрила в промышленных выбросах в атмосферу методом газовой хроматографии с использованием универсального многоразового пробоотборника»  
М - 10

В соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725 - 2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений» ниже перечисленные разделы методики читать в следующей редакции:

**2. Характеристики погрешности измерений**

Расширенные неопределенности измерений (при коэффициенте охвата 2) (0,22-0,25)С (приведены в таблице 1), где С – результат измерений массовой концентрации определяемого компонента, мг/м<sup>3</sup>.

*Примечание: указанная неопределенность измерений соответствует границам относительной погрешности ± (22-25)% (для соответствующего компонента) при доверительной вероятности 0,95.*

Таблица 1

№	Название компонента	Формула	Температура кипения, °С	Молекулярная масса	Диапазон измеряемых массовых концентраций компонентов, мг/м <sup>3</sup>	Расширенная неопределенность измерений (при p=0,95)
1.	Ацетальдегид	CH <sub>3</sub> -CHO	20,2	44,05	0,1-50	0,25С
2.	Акрилонитрил	CH <sub>2</sub> = CH-CN	78	53,06	0,03-100	0,25С
3.	Дихлорэтан	ClCH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> Cl	83,7	98,97	0,05-300	0,23С
4.	Тetraхлорэтилен	CCl <sub>2</sub> = CCl <sub>2</sub>	120,85	165,82	0,1-900	0,25С
5.	Трихлорэтилен	CHCl = CCl <sub>2</sub>	87,2	131,38	1-500	0,22С
6.	Метилхлорид	CH <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	40,1	84,93	1,5-300	0,22С
7.	Хлороформ	CHCl <sub>3</sub>	61,26	119,37	1-300	0,22С
8.	Четыреххлористый углерод	CCl <sub>4</sub>	76,8	153,81	0,2-500	0,23С
9.	Эпихлоргидрин	CH <sub>2</sub> -CH-CH <sub>2</sub> Cl   O	117	92,53	0,05-300	0,25С

## 10. Контроль точности результатов измерений

### 10.1 Проверка приемлемости выходных сигналов хроматографа, полученных в условиях повторяемости

Контроль размаха значений выходных сигналов хроматографа осуществляется при проведении градуировки по следующему условию:

$$\frac{S_i \max - S_i \min}{S_i \text{ ср.}} \cdot 100 \leq R_{\text{раз}} \quad (13)$$

где:

$S_i \max$  и  $S_i \min$  - максимальное и минимальное значения площадей хроматографических пиков 3-х параллельных проб  $i$ -го градуировочного раствора, см<sup>2</sup>;

$S_i \text{ ср.}$  - среднее арифметическое значение площадей пиков, полученных для параллельных проб, см<sup>2</sup>;

$R_{\text{раз}}$  - норматив контроля;

$R_{\text{раз}} = 15 \%$ .

### 10.2 Проверка правильности построения градуировочной характеристики, полученной в условиях повторяемости

Контролируемым параметром является размах градуировочных коэффициентов, отнесенный к среднему арифметическому ( $k$ ) для  $n$ -растворов:

$$\frac{k_{\max} - k_{\min}}{k} \cdot 100 \leq R_{\text{гр}} \quad (14)$$

где:

$k_{\max}$  и  $k_{\min}$  - максимальное и минимальное значения градуировочных коэффициентов для  $n$ -растворов;

$R_{\text{гр}}$  - норматив контроля;

$R_{\text{гр}} = 15 \%$ .

### 10.3 Периодический контроль градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводится не реже 1-го раза в квартал, а также при смене реактивов, колонки, промывке детектора. Контроль проводится по растворам или газовым смесям, соответствующим началу и середине диапазона градуировочной характеристики. Каждый раствор или смесь анализируется 2 раза.

Таким же образом, но по одной концентрации, значение которой приближается к определяемым величинам, проводится контроль перед каждой серией рабочих проб. Результат контроля признается положительным при выполнении условия:

$$\frac{|k^* - k|}{k} \cdot 100 \leq R_{\text{ст}} \quad (15)$$

где:

$k$  - ранее установленное значение градуировочного коэффициента;

$k^*$  - полученное значение градуировочного коэффициента (значение вычисляется как среднее из 2-х определений, расхождение между которыми не может превышать 20%);

$R_{\text{ст}}$  - норматив контроля;

$R_{\text{ст}} = 15 \%$ .

#### 10.4 Проверка приемлемости и правильности результатов измерений массовой концентрации определяемых веществ

Осуществляется на этапе освоения методики, а также по требованию организации, осуществляющей надзор за аттестованными МВИ. Данная операция проводится при проведении градуировки по растворам. Контроль осуществляется путем анализа модельной смеси, приготовленной на установке «Микрогаз» при использовании источников микропотоков рабочих эталонов 1-го разряда.

При контроле проводится отбор и анализ 2-х параллельных проб. Результаты контроля считаются положительными при выполнении условия:

$$\frac{|C_k - \bar{C}|}{C_k} \cdot 100 \leq \Delta \quad (16)$$

где:

$C_k$  - массовая концентрация определяемого вещества в контрольной газовой смеси, мг/м<sup>3</sup>;

$\bar{C}$  - среднее значение массовой концентрации определяемых веществ для 2-х параллельных определений, мг/м<sup>3</sup>;

$\Delta$  - границы относительной погрешности результата измерения (таблица 1), %.

При постоянной работе рекомендуется регистрировать результаты контроля на контрольных картах, руководствуясь ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. В этом случае нормативы, указанные в методике, используют в качестве первоначальных пределов действия, которые затем корректируют по накопленным в лаборатории данным.

Научно-исследовательский  
институт охраны  
атмосферного воздуха  
НИИ Атмосфера



Scientific Research Institute  
for Atmospheric Air  
Protection  
SRI Atmosphere

194021, С-Петербург,  
ул. Карбышева, д. 7  
Тел.: (812) 2478662  
Факс: (812) 2478661

194021, St. Petersburg, Russia  
Karbyshev st., 7.  
Phone: (812) 2478662  
Fax: (812) 2478661

Исх. № 535 /33-09 от 4.08.04

Директору ООО НПФ «Экосистема»  
П.А. Богдавленкому

На № 168 от 4.08.04

197342 г. Санкт-Петербург,  
наб. Черной речки, д. 41

О продлении срока действия  
экспертного заключения на МВИ

Настоящим письмом срок действия экспертного заключения НИИ Атмосфера №100/33-09Ц от 26.06.1999 на «Методику определения концентрации хлорсодержащих органических соединений (метилхлорида, хлороформа, дихлорэтана, четыреххлористого углерода, эпихлоргидрина, трихлорэтилена, тетрахлорэтилена), а также ацетальдегида и акрилонитрила в промышленных выбросах в атмосферу методом газовой хроматографии с использованием универсального многофазового пробоотборника» (М-10), представленную ООО "Экосистема", продлен на 5 лет до 26.06.2009 года.

Директор



В.Б. Миляев

Исп. Цибульский В.В.  
т. (812) 2473618



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

Федеральное государственное  
унитарное предприятие  
"Научно-исследовательский институт  
охраны атмосферного воздуха"  
ФГУП "НИИ Атмосфера"

Federal State Unitary Enterprise  
"Scientific Research Institute  
of Atmospheric Air Protection"  
FSUE "SRI Atmosphere"

194021, г. Санкт-Петербург,  
ул. Карбышева, 7  
тел.: (812) 297-8662  
факс: (812) 297-8662  
E-mail: info@nii-atmosphere.ru  
ОКПО: 23126426 ОКОГУ: 13376  
ОГРН: 1027801575724 ИНН: 7802038234

194021, St. Petersburg, Russia,  
Karbyshev st. 7.  
Phone.: (812) 297-8662  
Fax: (812) 297-8662  
E-mail: info@nii-atmosphere.ru

Исх. № 09-2-374/09-0 от 20.05.09

На №141 от 27.04.09

О продлении срока действия  
экспертного заключения на МВИ

Директору  
ООО НППФ «Экосистема»  
П.А. Богоявленскому

197342, Санкт-Петербург,  
наб. Черной речки, 41.

Настоящим письмом срок действия экспертного заключения НИИ Атмосфера №100/33-09 от 26.06.1999 года на «Методику определения концентраций хлорсодержащих органических соединений (метиленхлорида, хлороформа, дихлорэтана, четыреххлористого углерода, эпихлоргидрина, трихлорэтилена, тетрахлорэтилена), а также ацетальдегида и акрилонитрила в промышленных выбросах в атмосферу методом газовой хроматографии с использованием универсального многоэхового пробоотборника (М-10)» продлен до **26.06.2014** года.

И.о.



А.Ю. Недре

