

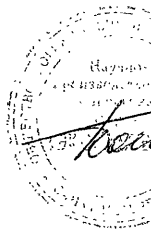
# ООО «Научно-производственная и проектная фирма «ЭКОСИСТЕМА»

СОГЛАСОВАНО:



В.Б. Миляев

УТВЕРЖДАЮ:



Директор  
ООО НППФ «Экосистема»

П.А. Богоявленский

8 июля 2005 г.

## Дополнения и изменения

### к «Методике выполнения измерений массовой концентрации алюминия в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом с алюминием» М - 12

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

#### 1. Характеристики погрешности измерений

Расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата 2):  $0,25 C$ , где  $C$  – результат измерений массовой концентрации алюминия,  $мг/м^3$ .

*Примечание: указанная неопределенность измерений соответствует границам относительной погрешности  $\pm 25\%$  при доверительной вероятности 0,95.*

#### 10. Контроль точности результатов измерений

10.1. Проверка приемлемости выходных сигналов фотоэлектроколориметра, полученных в условиях повторяемости

Проверяемым параметром является размах значений оптической плотности раствора. Проверка осуществляется при проведении градуировки, при периодической проверке градуировочной характеристики и при проведении анализов. Результат проверки признается приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{D_{i\max} - D_{i\min}}{D_{i\text{cp}}} \times 100 \leq K_{\text{раз}} \quad (12)$$

где:  $K_{\text{раз}}$  - норматив в относительной форме (допускаемое расхождение результатов измерений), соответствующий вероятности 0,95;

$K_{\text{раз}} = 25\%$ ;

$D_{i\max}$ ,  $D_{i\min}$  - максимальное и минимальное значения оптической плотности в  $i$ -м растворе;

$D_{i\text{cp}}$  - среднее арифметическое значение результатов измерений оптической плотности раствора.

Если результаты измерений не удовлетворяют указанному условию, то необходимо проверить исправность прибора.

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

Проверка проводится при каждом построении градуировочной характеристики.

Градуировочная характеристика признаётся правильной при выполнении условия:

$$\frac{|\bar{D}_i - D_{рас}|}{D_{рас}} \cdot 100 \leq K_{гр} \quad (13)$$

где:  $K_{гр}$  – норматив в относительной форме (допускаемое расхождение результатов измерений), соответствующий вероятности 0,95;

$K_{гр} = 13\%$ ;

$D_{рас}$  - оптическая плотность  $i$ -го градуировочного раствора, полученная расчетным путем по формуле (1) для соответствующего значения  $m_i$ ;

$\bar{D}_i$  – среднее арифметическое значение оптической плотности в одной серии градуировочного раствора.

Если результаты измерений не удовлетворяют указанному условию, то необходимо проверить чистоту посуды и соответствие посуды и реактивов стандартам или техническим условиям. Затем готовят дополнительно две серии градуировочных растворов, проводят измерения и проверяют правильность построения градуировочной характеристики.

### 10.3. Периодический контроль градуировочной характеристики

Контроль градуировочной характеристики проводится не реже одного раза в квартал, а так же при смене реактивов, места положения фотоэлектроколориметра. Контроль проводится по градуировочным растворам начала, середины и конца градуировочного графика. Так же контроль проводят перед каждой серией рабочих проб. Контрольные растворы готовят согласно табл.1. Каждый раствор приготавливается и анализируется 2 раза. Результат контроля признаётся удовлетворительным при выполнении условия:

$$\frac{|m_k - m_i|}{m_i} \times 100 \leq K_{ст} \quad (14)$$

где:  $K_{ст}$  - норматив контроля в относительной форме (допустимое расхождение результата измерения с опорным значением), соответствующий вероятности 0,95;

$K_{ст} = 20\%$ ;

$m_i$  - масса алюминия в  $6,0 \text{ см}^3$   $i$ -го контрольного раствора (согласно табл.1), мкг;

$m_k$  - масса алюминия в  $6,0 \text{ см}^3$  контрольного раствора, найденная по формуле (7), мкг. Значение  $m_k$  вычисляется как среднее арифметическое значение 2-х определений, расхождение между которыми не должно превышать 15%.

Если результаты измерений не удовлетворяют указанному условию, то необходимо проверить чистоту посуды и соответствие посуды и реактивов стандартам или техническим условиям, затем приготовить дополнительно по два контрольных раствора и повторить контроль.

### 10.4. Проверка приемлемости полученных значений массовых концентрации алюминия в параллельных пробах

Проверкой приемлемости является относительный размах результатов параллельных определений, отнесенный к среднему арифметическому значению ( $\bar{C}_i$ ). Проверка проводится при выполнении каждого измерения. Результат проверки признается удовлетворительным при выполнении условия:

$$\frac{|C_{i \max} - C_{i \min}|}{\bar{C}_i} \times 100 \leq R \quad (15)$$

где: R - норматив в относительной форме, соответствующий вероятности 0,95;

R = 30%;

$C_{i \min}$  и  $C_{i \max}$  - минимальное и максимальное значения массовой концентрации в параллельных определениях, мг/м<sup>3</sup>;

$\bar{C}_i$  - среднее арифметическое значение двух параллельных определений, мг/м<sup>3</sup>.

Если результаты измерений не удовлетворяют указанному условию, то необходимо проверить чистоту посуды и соответствие посуды и реактивов стандартам или техническим условиям, отбор проб и проверку повторить.

10.5. Контроль правильности соблюдения условий выполнения аналитической процедуры

Контроль проводится на стадии освоения методики, а также по требованию контролирующих организаций. Цель контроля – выявление возможных ошибок на стадии обработки фильтра с отобранной пробой. Контроль проводится путем нанесения на фильтр (10,0 ± 0,5) мг оксида алюминия, предварительно прокалённого в течение 2 часов при температуре 600<sup>0</sup>С. Обработку фильтра с навеской и измерение оптической плотности проводят согласно п. 8.4. Результат контроля признаётся удовлетворительным при выполнении условия:

$$\frac{|mK - 5290|}{5290} \times 100 \leq K_{yc} \quad (16)$$

где: 5290 - масса алюминия в 10 мг оксида алюминия, мкг;

$K_{yc}$  - норматив контроля в относительной форме, соответствующий вероятности 0,95;

$K_{yc} = 20\%$ .

При постоянной работе рекомендуется регистрировать результаты контроля на контрольных картах, 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.