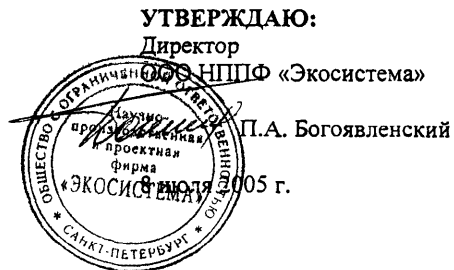


ООО «Научно-производственная и проектная фирма «ЭКОСИСТЕМА»



Миляев



Дополнения и изменения

к «Методике выполнения измерений концентраций аэрозоля масла в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом» М - 4

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 аэрозоля масла, $мг/м^3$.

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 двух значений оптической плотности одной пробы при повторном измерении в течение нескольких секунд (см. п. 8.4.). Проверка осуществляется при проведении градуировки, при периодической проверке градуировочной характеристики и при проведении анализов проб. Результат проверки признается приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{D_{\max} - D_{\min}}{D_{\text{ср}}} \times 100 \leq K_{\phi} \quad (11)$$

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

$K_{\text{раз}} = 3\%$;

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

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

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

10.2. Проверка приемлемости результатов измерений оптической плотности раствора в условиях повторяемости

Проверяемым параметром является относительный размах среднего значения оптической плотности в серии определений, проводимых с одним градуировочным раствором. Проверка осуществляется при построении градуировочной зависимости и проверке градуировочной характеристики. Результат проверки признается удовлетворительным при выполнении условия:

$$\frac{D_{i\max} - D_{i\min}}{D_i} \cdot 100 \leq K_p, \quad (12)$$

где: K_p - норматив в относительной форме (допускаемое расхождение результатов измерений), соответствующий вероятности 0,95;

$K_p = 13 \%$;

$D_{i\max}$, $D_{i\min}$ - максимальное и минимальное значения оптической плотности в серии определений для i -го градуировочного раствора;

D_i - среднее арифметическое значение оптической плотности в серии определений для i -го градуировочного раствора.

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

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

Проверка проводится при каждом построении градуировочной характеристики.

Градуировочная характеристика признаётся правильной при выполнении условия:

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

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

$K_{гр} = 10 \%$;

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

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.

10.4. 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. В этом случае контроль проводят по одной концентрации, значение которой приближается к определяемым величинам.

Результат контроля признаётся удовлетворительным при выполнении условия:

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

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

$K_{ст} = 12\%$;

m_i - масса масла минерального в $5,0 \text{ см}^3$ i -го контрольного раствора (согласно табл.1), мкг;

m_k - масса масла минерального в $5,0 \text{ см}^3$ контрольного раствора, найденная по формуле (7), мкг.

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.

10.5. Проверка приемлемости полученных значений массовых концентраций аэрозоля масла в условиях повторяемости

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

$$\frac{|C_{\max} - C_{\min}|}{C} \times 100 \leq R_5, \quad (15)$$

где: R_5 - норматив в относительной форме, соответствующий вероятности 0,95;

$R_5 = 40\%$;

C_{\min} и C_{\max} - минимальное и максимальное значения массовой концентрации в 5 параллельных определениях, мг/м^3 ;

C - среднее арифметическое значение 5 параллельных определений, мг/м^3 .

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.

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.