


ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО ЭКОЛОГИЧЕСКОМУ, ТЕХНОЛОГИЧЕСКОМУ  
И АТОМНОМУ НАДЗОРУ

Научно-исследовательский институт охраны атмосферного воздуха  
НИИ Атмосфера

УТВЕРЖДАЮ:

Директор  
НИИ Атмосфера

  
В.Б. Миляев  
6 июня 2005 г.

дополнения и изменения

к «Методике выполнения измерений массовой концентрации диоксида серы в  
отходящих газах от котельных, ТЭЦ, ГРЭС»  
ПНД Ф 13.13-97

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 диоксида серы,  $мг/м^3$ .

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

Стандартное отклонение повторяемости результатов измерений массовой концентрации диоксида серы (выраженное в относительной форме)  $\sigma_r = 5,7\%$

**11. Контроль точности результатов измерений**

11.1. Проверка приемлемости (контроль сходимости) результатов титрования, полученных в условиях повторяемости.

Проверку осуществляют при анализе проб по величине размаха между двумя результатами параллельных титрований одной пробы.

Результат проверки признаётся приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{|V_1 - V_2|}{\bar{V}} \cdot 100 \leq d \quad (11.1)$$

где:  $V_1$  и  $V_2$  – объем раствора титранта, пошедший на титрование аликвоты пробы,  $см^3$ ;

$\bar{V}$  – среднее арифметическое значение результатов титрования,  $см^3$ ;

$d$  – норматив контроля в относительной форме (допустимое расхождение результатов титрования), соответствующий вероятности 0,95;

$d = 5\%$ .

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

11.2. Проверка приемлемости (контроль сходимости) и правильности (погрешности) результатов измерений в условиях повторяемости

Проверка (контроль) осуществляется на этапе освоения методики, либо по требованию организации, которая контролирует лабораторию, применяющую настоящую методику.

Контроль осуществляется путем анализа ГСО состава газовой смеси SO<sub>2</sub> в N<sub>2</sub>. При контроле проводится параллельный отбор и анализ двух проб. Измерение и обработка результатов проводятся в соответствии с п.8, 9 методики.

Результат проверки признаётся приемлемым при выполнении условия:

$$\frac{|C_1 - C_2|}{C_{cp}} \times 100 \leq d_n \quad (11.2)$$

где:  $C_{cp}$  - среднее значение концентрации, мг/м<sup>3</sup>;

$C_1, C_2$  - результаты двух параллельных измерений, мг/м<sup>3</sup>;

$d_n$  - норматив контроля в относительной форме (допустимое расхождение результатов двух параллельных измерений), соответствующий вероятности 0,95;

$d_n = 16\%$ .

Результат проверки признаётся правильным при выполнении условия:

$$\frac{|C_{сво} - C_{cp}|}{C_{сво}} \times 100 \leq K \quad (11.3)$$

где:  $C_{сво}$  - массовая концентрация SO<sub>2</sub>, согласно паспорта ГСО;

$C_{cp}$  - среднее значение результатов двух параллельных измерений, мг/м<sup>3</sup>;

$K$  - норматив контроля в относительной форме (допустимое расхождение среднего значения результатов двух параллельных измерений с опорным значением), соответствующий вероятности 0,95;

$K = 20\%$ .

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

При постоянной работе рекомендуется регистрировать результаты контроля на контрольных картах (карта средних значений для  $\bar{C}_i$ ), 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.