

**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ  
В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ**

**УТВЕРЖДАЮ**

**Директор ФБУ «Федеральный центр  
анализа и оценки техногенного**



**В.И.Цуканов**

**2012 г.**

**КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ  
АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА И ВЫБРОСОВ В АТМОСФЕРУ**

**МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ  
КОНЦЕНТРАЦИИ ФОРМАЛЬДЕГИДА  
В ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ В АТМОСФЕРУ  
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ  
С АЦЕТИЛАЦЕТОНОМ**

**ПНД Ф 13.1.41-2003**

**(ФР.1.31.2007.03825)**

**Методика допущена для целей государственного  
экологического контроля**

**МОСКВА 2003 г.  
(Издание 2012 г.)**

Право тиражирования и реализации принадлежит ФБУ «ФЦАО».

Методика рассмотрена и одобрена федеральным бюджетным учреждением «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»).

Заместитель директора



С.А. Хахалин

Федеральное бюджетное учреждение «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия» (ФБУ «ФЦАО»)

Адрес: 125080, г. Москва, п/о № 80, а/я № 86

Телефон/факс: (495) 781-64-95, телефон: (495) 943-29-44

E-mail: [info@fcao.ru](mailto:info@fcao.ru), [www.fcao.ru](http://www.fcao.ru).

**Разработчик:**

Филиал ФБУ «ЦЛАТИ по ЦФО» - ЦЛАТИ по Брянской области

Адрес: 241019, г. Брянск, пер. Осовиахима, 3-г

Телефон/факс: (4832) 41-04-19

## 1 ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ устанавливает методику измерений массовой концентрации формальдегида в пробах промышленных выбросов в атмосферу фотометрическим методом с ацетилацетоном. Методика может быть использована преимущественно для анализа промвыбросов производства пенообразующих препаратов, поливинилхлоридной пленки и тары, при переработке полиэтилена, при получении и использовании фенол- и карбамидоформальдегидных смол.

Диапазон измеряемых концентраций от 0,25 до 10 мг/м<sup>3</sup>.

Определению не мешают жирные спирты (C<sub>1</sub>-C<sub>4</sub>), аммиак, толуол, ксилол, фенол, стирол, фурфурол, бензальдегид, метилметакрилат, изопрен, изобутилен, эпихлоргидрин.

## 2 ПРИПИСАННЫЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения показателей точности повторяемости и правильности

Диапазон измерений, мг/м <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности методики при вероятности $P=0,95$ ), $\pm\delta_c$ , %	Показатель точности <sup>1</sup> (границы относительной погрешности методики при вероятности $P=0,95$ ), $\pm\delta_c$ , %
От 0,25 до 10 вкл.	7	19	24

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлению результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории.

<sup>1</sup> Соответствует расширенной стандартной неопределенности при коэффициенте охвата  $k=2$

### **3 СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ**

При выполнении измерений должны быть применены следующие средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и стандартные образцы.

#### **3.1 Средства измерений**

- Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр, позволяющий измерять оптическую плотность при длине волны 412 нм
- Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм
- Весы лабораторные специального класса точности с ценой деления не более 0,1 мг, наибольшим пределом взвешивания не более 210 г по ГОСТ Р 53228-2008
- Гири. Общие технические условия по ГОСТ 7328-2001
- Колбы мерные вместимостью 25, 100, 1000 см<sup>3</sup>, 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74
- Цилиндры мерные вместимостью 50, 100 см<sup>3</sup>, 2-го класса точности по ГОСТ 1770-74
- Бюретка вместимостью 10 см<sup>3</sup>, 2-го класса точности по ГОСТ 29251-91
- Микропипетка вместимостью 0,1 см<sup>3</sup>
- Пипетки градуированные вместимостью 1, 2, 5, 10 см<sup>3</sup> по ГОСТ 29227-91
- Электроаспиратор по ТУ 25-11-1414-78
- Пневмометрические трубки по ГОСТ 17.2.4.06-90
- Манометр или дифманометр-тягомер по ГОСТ 2405-88
- Термометр лабораторный шкальный, цена деления 1°С по ГОСТ 28498-90

#### **3.2 Вспомогательные устройства**

- Пробирки ПУ-25-14/23 по ГОСТ 25336-82
- Колбы конические Кн 2-250-18ТИ по ГОСТ 25336-82
- Поглотительные приборы с пористой пластинкой по ТУ 25-11-1081-75
- Баня водяная любого типа

### Примечания.

1 Допускается применение иных средств измерений утвержденных типов, вспомогательных устройств и материалов, технические и метрологические характеристики которых не уступают указанным выше.

2 Средства измерений должны быть поверены в установленные сроки.

### 3.3 Реактивы и стандартные образцы

- Формалин, 40% раствор формальдегида в воде по ГОСТ 1625-89
- Натрия гидроксид, х.ч. по ГОСТ 4328-77
- Ацетилацетон, ч.д.а. по ГОСТ 10259-78
- Аммония ацетат, х.ч. по ГОСТ 3117-78
- Кислота хлористоводородная (соляная), х.ч. по ГОСТ 3118-77
- Йод, стандарт-титр 0,1 моль/дм<sup>3</sup> по ТУ 6-09-2540-72
- Натрия тиосульфат, стандарт-титр по ТУ 6-09-2540-72
- Крахмал, ч. по ГОСТ 10163-76
- Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72
- ГСО с аттестованным значением массовой концентрации формальдегида 1 мг/см<sup>3</sup> и погрешностью аттестованного значения не более 1 %

### Примечание.

Допускается использование реактивов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных.

## 4 МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ

Фотометрический метод определения массовой концентрации формальдегида основан на образовании окрашенного в желтый цвет комплексного соединения при взаимодействии формальдегида с ацетилацетоном в присутствии ацетата аммония. Оптическую плотность растворов измеряют при длине волны 412 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

## 5 ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

При работе в лаборатории необходимо соблюдать следующие требования техники безопасности.

5.1 При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007-76.

5.2 Электробезопасность при работе с электроустановками соблюдается по ГОСТ Р 12.1.019-2009.

5.3 Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.

5.4 Организация обучения работающих безопасности труда производится по ГОСТ 12.0.004-90.

5.5 Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005-88.

5.6 Работы на высоте следует проводить в соответствии с требованиями СНиП III - 4-80.

При отборе проб должны соблюдаться общие правила безопасности для предприятий и организаций соответствующей отрасли.

## 6 ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают специалиста, имеющего высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, прошедшего соответствующий инструктаж, освоившего метод в процессе тренировки и уложившегося в нормативы контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

## 7 УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха  $(20 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ ;
- атмосферное давление  $(84-106) \text{ кПа}$ ;
- влажность воздуха не более 80 % при температуре  $25 \text{ }^\circ\text{C}$ ;
- напряжение в сети  $(220 \pm 22) \text{ В}$ .

## **8 ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ**

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: подготовка прибора, приготовление растворов, построение градуировочного графика, контроль стабильности градуировочной характеристики, отбор проб.

### **8.1 Подготовка прибора**

Подготовку спектрофотометра или фотоэлектроколориметра к работе и оптимизацию условий измерения проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

### **8.2 Приготовление растворов**

#### ***8.2.1 Приготовление раствора йода и раствора тиосульфата натрия молярной концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup>***

Раствор йода концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> и раствор тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> готовят из стандарт-титров в соответствии с прилагаемой инструкцией.

Раствор йода хранят в темном месте. Растворы устойчивы в течение месяца.

#### ***8.2.2 Приготовление раствора ацетилацетона с массовой долей 0,4%***

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,4 см<sup>3</sup> ацетилацетона плотностью 0,976 г/см<sup>3</sup> и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Раствор готовят перед анализом.

#### ***8.2.3 Приготовление раствора ацетата аммония с массовой долей 20%***

В коническую колбу помещают навеску 20 г ацетата аммония и растворяют в 80 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор хранят до внешних изменений.

#### ***8.2.4 Приготовление реактивного раствора***

Смешивают равные объемы растворов ацетилацетона и ацетата аммония. Раствор готовят перед употреблением.

### **8.2.5 *Приготовление поглотительного раствора***

Смешивают равные объемы воды и реактивного раствора. Раствор готовят перед употреблением.

### **8.2.6 *Приготовление раствора соляной кислоты с массовой долей 10%***

Отмеряют цилиндром 22 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты плотностью 1,190 г/см<sup>3</sup> и 74 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Приливают кислоту к воде, перемешивают. Срок хранения не ограничен.

### **8.2.7 *Приготовление раствора гидроксида натрия с массовой долей 20%***

Навеску 20,0 г гидроксида натрия помещают в коническую колбу и растворяют в 80 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде. Срок хранения - 2 месяца.

### **8.2.8 *Приготовление раствора крахмала с массовой долей 1%***

Смешивают 0,5 г крахмала с 10 см<sup>3</sup> дистиллированной воды и приливают к 40 см<sup>3</sup> кипящей дистиллированной воды. Раствор хранят не более трех суток.

## **8.3 *Приготовление градуировочных растворов***

### **8.3.1 *Приготовление градуировочного раствора формальдегида с массовой концентрацией 10 мкг/см<sup>3</sup> из ГСО***

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> с небольшим количеством дистиллированной воды пипеткой отмеряют 1 см<sup>3</sup> ГСО формальдегида (1 мг/см<sup>3</sup>), доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Используют свежеприготовленный раствор.

### **8.3.2 *Приготовление исходного градуировочного раствора формальдегида концентрации 10 мг/см<sup>3</sup> из формалина***

В мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> пипеткой вносят 2,5 см<sup>3</sup> формалина и доводят до метки дистиллированной водой.

При хранении в темноте раствор устойчив в течение одного месяца.

Точную концентрацию раствора формальдегида устанавливают йодометрическим титрованием. Для этого в коническую колбу вместимостью 200 см<sup>3</sup> вносят пипеткой 1 см<sup>3</sup> раствора формальдегида концентрации

10 мг/см<sup>3</sup>, добавляют 10-15 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, 10 см<sup>3</sup> раствора йода и по каплям раствор гидроксида натрия до получения устойчивой светло-желтой окраски, закрывают пробкой и оставляют на 10 минут. Раствор подкисляют 5 см<sup>3</sup> 10% раствора хлористоводородной (соляной) кислоты, 10 минут выдерживают в темноте и титруют раствором тиосульфата натрия до бледно-желтой окраски. Затем прибавляют несколько капель крахмала и опять титруют раствором тиосульфата натрия до исчезновения синей окраски раствора. Записывают объем реактива, пошедший на титрование ( $V_1$ ).

Предварительно устанавливают объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование 10 см<sup>3</sup> 0,1 моль/дм<sup>3</sup> раствора йода ( $V_x$ ). По разности двух титрований ( $V_x - V_1$ ) находят объем раствора тиосульфата натрия или объем раствора йода, пошедший на окисление формальдегида.

Учитывая, что 1 см<sup>3</sup> раствора йода концентрации 0,1 моль/дм<sup>3</sup> соответствует 1,5 мг формальдегида, рассчитывают концентрацию формальдегида в исходном растворе.

### *8.3.3 Приготовление градуировочных растворов формальдегида с массовой концентрацией 100 мкг/см<sup>3</sup> и 10 мкг/см<sup>3</sup> из формалина*

Из исходного градуировочного раствора, приготовленного по п.8.3.2, соответствующим разведением готовят градуировочные растворы формальдегида концентрации 100 мкг/см<sup>3</sup> (концентрацию раствора уточняют титриметрически), а затем готовят из него рабочий градуировочный раствор концентрации 10 мкг/см<sup>3</sup>.

Раствор с концентрацией 10 мкг/см<sup>3</sup> используют в день приготовления.

### **8.4 Построение градуировочного графика**

Серию градуировочных растворов готовят в колориметрических пробирках, используя градуировочный раствор концентрации 10 мкг/см<sup>3</sup>. Состав и количество образцов для градуировки приведены в таблице 2.

**Таблица 2 - Состав и количество образцов для градуировки**

РЕАКТИВЫ	НОМЕР ГРАДУИРОВОЧНОГО РАСТВОРА					
	0	1	2	3	4	5
Градуировочный раствор формальдегида, см <sup>3</sup>	-	0,25	0,5	1,0	1,5	2,0
Дистиллированная вода, см <sup>3</sup>	2,5	2,25	2,0	1,5	1,0	0,5
Реактивный раствор, см <sup>3</sup>	Во все пробирки по 2,5					
Содержание формальдегида, мкг	0	2,5	5,0	10,0	15,0	20,0

Растворы тщательно перемешивают, помещают на кипящую водяную баню и выдерживают в течение 10 минут. После охлаждения измеряют оптическую плотность при длине волны 412 нм по отношению к раствору сравнения в кюветках с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Для построения градуировочного графика каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных. По оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс – содержание формальдегида, мкг.

### 8.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже 1 раза в квартал или при смене партии реактивов, после ремонта и поверки прибора. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в таблице 1).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$|X-C| \leq 0,01 \cdot C \cdot K_{гр}, \quad (1)$$

где  $X$  – результат контрольного измерения содержания формальдегида в образце для градуировки, мкг;

$C$  – аттестованное содержание массовой концентрации формальдегида в образце для градуировки, мкг;

$K_{гр}$  – норматив оперативного контроля градуировочной характеристики,  $K_{гр} = 12\%$ , при  $P=0,95$ .

Если условие стабильности не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины ее нестабильности и повторяют контроль с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

### 8.6 Отбор проб

Отбор проб следует проводить в соответствии с ГОСТ Р 50820-95 «Оборудование газоочистное и пылеулавливающее. Методы определения запыленности газопылевых потоков» и ПНД Ф 12.1.1-99 «Методические рекомендации по отбору проб при определении концентрации вредных веществ (газов и паров) в выбросах промышленных предприятий» при установленном технологическом режиме работы обследуемого источника выделения загрязняющих веществ в атмосферу.

Место для отбора проб выбирают на прямолинейном участке газохода. Прямолинейный участок должен иметь длину не менее 5-6 диаметров газохода до места отбора проб и 3-4 диаметров после места отбора проб. Не следует выбирать место отбора проб вблизи задвижек, дросселей, диффузоров, колен и вентиляторов. Собирают схему установки для отбора проб в соответствии с Приложением А.

Проверяют схему на герметичность: включают электроаспиратор, устанавливают расход газового потока примерно  $15 \text{ дм}^3/\text{мин}$ , закрывают входное отверстие пробоотборного зонда, при этом создается разрежение в установке. Если в течение 0,5 мин поплавков ротаметра достигает нулевой отметки, установка считается герметичной.

Анализируемый газ в течение 20 минут пропускают со скоростью 0,5 дм<sup>3</sup>/мин через два последовательно соединенных поглотительных сосуда, содержащих по 5 см<sup>3</sup> поглотительного раствора.

В процессе отбора следят за показаниями ротаметра электроаспиратора, а также измеряют температуру и давление (разряжение) газа у ротаметра и атмосферное давление.

По окончании отбора закрывают вход и выход поглотителей резиновыми шлангами с пробками для предотвращения потерь поглотительного раствора.

Срок хранения отобранных проб не более двух суток.

## 9 ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Содержимое двух поглотительных приборов анализируют отдельно и результаты суммируют.

Растворы из поглотительных приборов переносят в колориметрические пробирки и помещают на 10 минут на кипящую водяную баню. После охлаждения измеряют оптическую плотность растворов, как при построении градуировочного графика (п.8.4).

## 10 ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

По градуировочному графику находят содержание формальдегида в каждом поглотительном сосуде ( $M_1$  и  $M_2$ , мкг) и рассчитывают его концентрацию в газовых выбросах,  $X$  в мг/м<sup>3</sup> по формуле:

$$X = \frac{M_1 + M_2}{V_0}, \quad (2)$$

где  $V_0$  – объем отобранной пробы газа, приведенный к нормальным условиям по формуле, дм<sup>3</sup>:

$$V_0 = \frac{273 \times V_1 \times (P \pm \Delta P)}{101,3 \times (273 + t)} \quad (3)$$

где  $V_1$  – объем исследуемой газовой смеси, дм<sup>3</sup>;

$P$  – атмосферное давление, кПа;

$\Delta P$  – избыточное давление (разрежение) перед аспириатором, кПа;

$t$  – температура газовой пробы перед аспириатором, °С.

## 11 ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерения  $X$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ ) в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$X \pm \Delta, P=0,95,$$

где  $\Delta$  - показатель точности методики.

$$\text{Величину } \Delta \text{ рассчитывают по формуле: } \Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot X$$

Значение  $\delta$  приведено в таблице 1.

Допустимо результат измерений в документах, выдаваемых лабораторией, представлять в виде:

$$X \pm \Delta_n, P=0,95, \text{ при условии } \Delta_n < \Delta, \text{ где}$$

$X$  – результат измерений, полученный в соответствии с прописью методики,  $\text{мг}/\text{м}^3$ ;

$\Delta_n$  - значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное при реализации методики в лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

## 12 ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

При необходимости проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости (сходимости) осуществляют в соответствии с требованиями раздела 5.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

За результат измерения содержания формальдегида в пробе принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений аликвоты поглотительного раствора, расхождение между которыми не должно превышать предела повторяемости. Значения предела повторяемости ( $r$ ) для двух результатов параллельных определений приведены в таблице 3.

Таблица 3 - Диапазон измерений, значения предела повторяемости при доверительной вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений, $\text{мг}/\text{м}^3$	Предел повторяемости (относительные значения допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений), г, %
От 0,25 до 10 вкл.	20

## 13 КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

### 13.1 Общие положения

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- оперативный контроль процедуры измерений;
- контроль стабильности результатов измерений на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения (СКО) повторяемости, СКО промежуточной (внутрилабораторной) прецизионности и правильности.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений и алгоритмы контрольных процедур, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

Разрешение противоречий между результатами двух лабораторий проводят в соответствии с п.5.3.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002.

### 13.2 Оперативный контроль процедуры измерений с использованием образцов для контроля

Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры  $K_x$  с нормативом контроля  $K$ .

Результат контрольной процедуры  $K_x$  рассчитывают по формуле:

$$K_x = \left| \bar{X} - C \right|$$

где  $\bar{X}$  - результат контрольного измерения содержания формальдегида в образце для контроля – среднее арифметическое двух результатов параллельных определений, расхождение между которыми не превышает предела повторяемости  $g$ .

Значение  $g$  приведено в таблице 3.

$C$  – аттестованное значение образца для контроля.

В качестве образца для контроля используют раствор, аттестованный по процедуре приготовления и представляющий собой поглотительный раствор с введенным в него ГСО формальдегида.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_n$$

где  $\Delta_n$  – значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики, соответствующее аттестованному значению образца для контроля.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительной при выполнении условия

$$K_n \leq K$$

При невыполнении данного условия эксперимент повторяют. При повторном невыполнении – выясняют причины, приводящие к неудовлетворительному результату.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

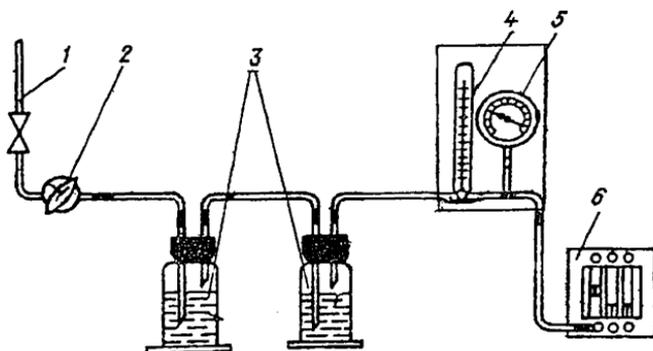


Рис А.1 – Схема установки для отбора проб

1 – пробоотборная трубка; 2 – кран; 3 – поглотители; 4 – термометр;  
5 – манометр вакуумметр; 6 – аспиратор.



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА ПО НАДЗОРУ В СФЕРЕ ПРИРОДОПОЛЬЗОВАНИЯ  
(РОСПРИРОДНАДЗОР)  
ФЕДЕРАЛЬНОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
«ФЕДЕРАЛЬНЫЙ ЦЕНТР АНАЛИЗА И ОЦЕНКИ  
ТЕХНОГЕННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ»  
(ФБУ «ФЦАО»)

## СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

№ 016/01.00301-2010/2012

Методика измерений массовой концентрации формальдегида в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом с ацетилацетоном

предназначенная для применения в организациях, осуществляющих контроль состава промышленных выбросов в атмосферу,

разработанная ФБУ «ФЦАО» 117105, г. Москва, Варшавское шоссе, д. 39А,

и содержащаяся в ПНД Ф 13.1.41-2003 «Методика измерений массовой концентрации формальдегида в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом с ацетилацетоном», 2012 г., на 16 листах.

Методика (метод) аттестована (ан) в соответствии с Федеральным законом от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» и ГОСТ Р 8.563-2009.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики (метода) измерений и экспериментальным исследованиям.

В результате аттестации методики (метода) измерений установлено, что методика (метод) измерений соответствует требованиям, предъявляемым ГОСТ Р 8.563-2009.

Показатели точности измерений приведены в приложении на 1 листе.

Директор ФБУ «ФЦАО»



В.И. Цуканов

Дата выдачи: 07.12.2012 г.

117105, г. Москва, Варшавское шоссе, д. 39А; тел./факс: (495) 781-64-95, www.fcao.ru

## ПРИЛОЖЕНИЕ

к свидетельству № 016/01.00301-2010/2012 об аттестации методики измерений массовой концентрации формальдегида в промышленных выбросах в атмосферу фотометрическим методом с ацетилацетоном на 1 листе

Таблица 1 – Диапазон измерений, значения показателей повторяемости, правильности и точности методики

Диапазон измерений, мг/м <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности $P=0,95$ ), $\pm\delta_c$ , %	Показатель точности <sup>1</sup> (границы относительной погрешности при вероятности $P=0,95$ ), $\pm\delta$ , %
От 0,25 до 10 вкл.	7	19	24

Таблица 2 – Диапазон измерений, значения предела повторяемости при доверительной вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений, мг/м <sup>3</sup>	Предел повторяемости (относительные значения допускаемого расхождения между двумя результатами параллельных определений) г, %
От 0,25 до 10 вкл.	20

Начальник отдела ФБУ «ФЦАО»

Эксперт-метролог (Сертификат № RUM 02.33.00389-2,

дата выдачи: 12.11.2012 г.)



Т.Н. Попова

<sup>1</sup> Соответствует расширенной стандартной неопределенности при коэффициенте охвата  $k = 2$