Научно-исследовательский институт гигиены, профпатологии и экологии человека МЗ РФ
Научно-производственное общество "Мониторинг"

УТВЕРЖДАЮ
Директор НИИ ГП и ЭЧ
_____ В.К.Пелищук
_____ 1998 г

УТВЕРЖДАЮ
Генеральный директор НПО "Мониторинг"
_____ Т.М. Королева
_____ 1998 г

Методика
выполнения измерений массовой концентрации полиароматических углеводородов в воздухе рабочей зоны и промышленных выбросах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

М-МВИ-52-99

ФР.1.31.2004.01264

Руководитель работы
Нач. Лаборатории, к.х.н
_____ А.И.Крылов

Исполнители:
н. сотр. _____ И.О.Костюк
мл. н. сотр. _____ Г.Н.Криницина

Санк-Петербург
1998

gost.e-ecolog.ru

1. Назначение и область применения

Методика предназначена для определения отнесенных к разряду приоритетных загрязнителей окружающей среды полиароматических углеводородов (ПАУ), перечисленных в таблице 1, в воздухе рабочей зоны и промышленных выбросах при массовой концентрации определяемых соединений от $7 \cdot 10^{-5}$ до 0,14 мг/м^3 (для дибенз[a,h]антрацена, бенз[g,h,i]перилена и индено[1,2,3-c,d]пирена диапазон определения от $7 \cdot 10^{-4}$ до 0,14 мг/м^3). Методику рекомендуется использовать для определения содержания ПАУ в воздухе рабочей зоны и выбросах промышленных предприятий, работающих на каменном угле (металлургические комбинаты, ТЭЦ и т.д.). Методика включает два уровня определений:

- первый из которых предполагает определение перечисленных в таблице 1 ПАУ на основе использования стандартной техники ВЭЖХ анализа: изократические или градиентные насосы высокого давления и ультрафиолетовый или флуоресцентный детекторы;
- второй уровень предполагает проведение ВЭЖХ анализа с применением детектора типа «диодная матрица» с идентификацией ПАУ по временам удерживания, а также и по УФ-спектрам и может быть рекомендован как самостоятельный или арбитражный метод анализа в дополнение к первому.

Таблица 1. Полиароматические углеводороды, определяемые в пробах воздуха рабочей зоны и промышленных выбросах (в алфавитном порядке).

N п/ п	Вещества	ПДК $_{в.р.з.}$ мг/м^3	ПДК$_{с.с.}$ (атм.в.) мг/м^3
1	Антрацен	-	-
2	Аценафтен	-	-
3	Аценафтилен	-	-
4	Бенз[α]антрацен	-	-
5	Бенз[a]пирен	0,00015	0,000001
6	Бенз[b]флуорантен	-	-
7	Бенз[k]флуорантен	-	-
8	Бенз[g,h,i]перилен	-	-
9	Дибенз[a,h]антрацен	-	-
10	Индено[1,2,3-c,d]пирен	-	-
11	Пирен	0,03	-
12	Фенантрен	0,8	-
13	Флуорантен	-	-
14	Флуорен	-	-
15	Хризен	-	-

Методика может быть применена в системах Госкомэкологии России и Госсанэпиднадзора, в организациях и предприятиях, осуществляющих контроль и мониторинг химического загрязнения воздуха. Определяемые соединения токсичны, мутагенны, для бенз[α]пирена выявлены выраженные

канцерогенные свойства. По степени опасности бенз[α]пирен и пирен относятся к первому классу опасности, фенантрен - ко второму, аценафтен - к третьему (ГОСТ 12.1.005-88 «Системы стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны»).

2. Характеристики погрешности измерений

Настоящая методика обеспечивает выполнение измерений массовой концентрации индивидуальных ПАУ с относительной погрешностью 25% при доверительной вероятности 0.95.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

3.1. Средства измерений

3.1.1. Жидкостный хроматограф, имеющий изократический или градиентные насосы высокого давления (до 300 Кра), систему ввода проб в аналитические колонки (с неподвижными обращеннофазными сорбентами C_{18}) и детекторы типа УФ-фотометра или спектрофотометра и/или флуориметр или спектрофлуориметр (например, хроматографы фирмы «Perkin-Elmer» с детекторами типа спектрофлуориметр «LS-4», УФ-фотометр «LC-95»; вместо фотометра может быть использован «Флюорат-02-1» с любой системой насосов и др.). Жидкостный хроматограф фирмы «Hewlett-Packard» HP-1090 оснащенный детектором на основе диодной матрицы.

Колонки: Используются высокоэффективные колонки для жидкостной хроматографии, заполненные обратнофазным сорбентом C_{18} (например, колонки «ODS Hypersil» фирмы «Hewlett Packard» или другие, обладающие аналогичной эффективностью).

Допускается применение современных жидкостных хроматографов других фирм, иных элементов применяемой измерительной системы (хроматографических аналитических колонок, программ обработки данных и др.). При этом может потребоваться адаптация настоящей методики к применяемому оборудованию. Например, при работе с колонками другого типа изменяются времена удерживания ПАУ. В этом случае при идентификации должен быть выбран такой хроматографический режим, который обеспечивал бы необходимое разделение компонентов анализируемой смеси и их отделение от других соединений, присутствующих в пробе.

Метрологические характеристики адаптированной методики признаются соответствующими указанным в п. 2 при положительных результатах контроля погрешности, выполненного в соответствии в разделом 12 и с соблюдением нормативов, указанных в п.п. 8.3, 8.4.

3.1.2. Набор микрошприцов вместимостью 10 мкл, 25 мкл, 50 мкл, 100 мкл, 250 мкл или аналогичные. Номер по каталогу Alltech 821225.

3.1.3. Шприц вместимостью 1 мл фирмы Hamilton, модель 1001N, или аналогичный.

3.1.4. Весы лабораторные типа ВЛА-200М, второго класса точности, ГОСТ 24104-88Е, или другие весы лабораторные.

3.1.5. Цилиндры мерные 2-100 и 2-500, ГОСТ 1770-74.

3.1.6. Термометр лабораторный стеклянный с взаимозаменяемым конусом (40-110°), ГОСТ 28498-90.

3.1.7. Универсальная индикаторная бумага, ТУ 6-09-1181-71.

3.2. Реактивы и материалы

3.2.1. Сертифицированный раствор смеси 16-ти приоритетных ПАУ в смеси ацетонитрил/толуол/гексан (90:5:5), поставляемый фирмой Hewlett-Packard, номер по каталогу 8500-6035 (концентрация каждого соединения 500 мкг/см^3), или аналогичные.

Допускается использование сертифицированных растворов индивидуальных соединений, например раствора бенз[а]пирена в гексане ГСО 7064-93 с массовой концентрацией основного вещества в диапазоне от 95 до 105 мкг/см^3 фирмы «Экрос» (относительная погрешность с вероятностью 0,95 не превышает 10%) или аналогичные.

3.2.2. Пористый полимерный сорбент ХАД-2 (0,125-0,15 мм) фирмы Серва (Германия, номер по каталогу 42827) или аналогичный.

3.2.3. Пористый полимерный сорбент ХАД-2 (0,3-1 мм) фирмы Серва (Германия, номер по каталогу 42821) или аналогичный.

3.2.4. Аэрозольный аналитический фильтр АФА-ХП-20, ТУ 95.7181-76 или фильтр АФАС-ПАУ-100, тип 1,2 ТУ МНТХЦ 089.001.000.

3.2.5. Метанол х.ч. для хроматографии , ТУ 6.09.1709-77.

3.2.6. Эфир диэтиловый медицинский для наркоза, ГОСТ 6265-52.

3.2.7. Ацетонитрил х.ч. для хроматографии, ТУ 6.09.4326-76.

3.2.8.Гексан х.ч., ТУ 609-4521-77.

3.2.9. Волокна стеклянные, ГОСТ 10727-43.

3.2.10. Гелий газообразный, марка А, Б ТУ 51-40-80.

3.2.11. Азот газообразный особой чистоты, ГОСТ 9293-77, или повышенной чистоты, ТУ 6-21-39-79.

3.2.12. Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

3.2.13. Кислота серная о.с.ч. ГОСТ 14262-78

3.2.14. Натрия гидроксид х.ч. ГОСТ4328-77

3.2.15. Натрия сернокислый безводный о.с.ч. ТУ 6-09-1832-79.

3.2.16. Натрий металлический ч.д.а. ТУ 6-09-356-77.

3.3. Вспомогательные устройства

3.3.1. Стеклянные флаконы для градуировочных и анализируемых растворов вместимостью 1,8 и 5 мл с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками фирмы Supelco, номера по каталогу 2-6951, 2-7037 и 2-7039, или аналогичные.

3.3.2. Стеклянные флаконы для проведения экстракции с воздушных фильтров вместимостью 20 мл фирмы Hewlett Packard, номер по каталогу 9301-0716 или аналогичные (например, пенициллиновые).

3.3.3. Воронка делительная грушевидная ВД 3-1000, ГОСТ 25336-82.

3.3.4. Колба грушевидная Гр-50-13/23 ТС, ГОСТ 25336-82.

3.3.5. Колба грушевидная Гр-100-14/23 ТС, ГОСТ 25336-82.

3.3.6. Стаканчик для взвешивания СВ 19/9, ГОСТ 25336-82.

3.3.7. Насадка Вюрца Н1-14/23-14/23 ТС, ГОСТ 25336-82.

3.3.8. Пинцет медицинский ГОСТ 21241-89Е

3.3.9. Алонж для крепления фильтров АФА-ХП-20, ТУ 95.7181-76.
3.3.10. Шкаф сушильный типа СНОЛ, ТУ 16-531-299-78 или аналогичный
3.3.11. Аспиратор модель М-822 ТУ 64-1-862-82 с пределами погрешности ротаметров ±5% для диапазона 0,017-0,333 дм^3/с и ±7% для диапазона 0,003-0,017 дм^3/с.
3.3.12. Барометр-анероид М-67 ТУ 2504-1797-75.
3.3.13. Колонны стеклянные для твердофазной экстракции размером 3,5х0,4 см с насадкой для экстракции.
3.3.14. Дистиллятор Д-1, модель 737, МРТУ-42, или аналогичный.
3.3.15. Установка ультразвуковая «Серьга» УЗМ001 СУР3.836.007 или аналогичная..
3.3.16. Чашка выпаривательная ЧВП-2-250 ГОСТ 25336-82.
3.3.17. Колба коническая Кн-1-100-29/32 ТС, ГОСТ 25336-82.
3.3.18. Дефлегматор елочный 250-14/23-29/32 ТС, ГОСТ 25336-82.
3.3.19. Колба круглодонная К-1-100045/40 ТС, ГОСТ 25336-82.
3.3.20. Холодильник с прямой трубкой ХПТ-1-400-14/23, ГОСТ 25336-82.
3.3.21. Холодильник шариковый ХШ-1-300-29/32, ГОСТ 25336-82.
3.3.22. Алонж типа АИ-14/23-50 ТС, ГОСТ 25336-82.
3.3.23. Колба мерная 2-100-2, ГОСТ 1770-74.
3.3.24. Колба мерная 2-10-2, ГОСТ 1770-74.
3.3.25. Воронка делительная грушевидная ВД 3-250, ГОСТ 25336-82.
3.3.26. Насадка для экстрагирования (Сокслета) типа НЭТ-250 или НЭТ-500 ТС, ГОСТ 25336-82.
3.3.27. Печь муфельная ПМ-8, ТУ 79-337-72.

4. Метод измерений

4.1. Измерениям (определению 15-ти индивидуальных ПАУ) предшествует отбор пробы, пробоподготовка и идентификация определяемых соединений.
4.2. Для анализа используется способ измерения, основанный на применении флуориметрического или УФ-детекторов

Пробоподготовку осуществляют путем аспирации воздуха через фильтр и патрон, заполненный сорбентом с последующим экстрагированием диэтиловым эфиром и гексаном. Экстракт подвергают очистке от мешающих соединений методом колоночной хроматографии.

4.3. Идентификацию осуществляют по временам удерживания соединений при использовании флуориметрического или УФ-фотометрического детектора и по временам удерживания и ультрафиолетовому спектру соединения при использовании жидкостного хроматографа с детектором на основе диодной матрицы. В этом случае возможна идентификация (помимо времени удерживания) по ультрафиолетовому спектру с использованием библиотек спектров и автоматизированной процедуры сопоставления с последними.
4.4. Количественное определение проводят с использованием метода внешнего стандарта. Предварительно проводят градуировку прибора: для растворов с известной концентрацией ПАУ снимают три хроматограммы и определяют градуировочные коэффициенты чувствительности (средние относительные отклики). Неизвестную массовую долю ПАУ в пробе определяют, исходя из площади основных хроматографических пиков

определяемых соединений, объема отобранной воздушной пробы и коэффициента чувствительности.

5. Требования безопасности

5.1. При выполнении измерений концентраций органических веществ в воздухе рабочей зоны и в газовых выбросах соблюдают следующие требования безопасности:

5.2. - «Основные правила безопасности работы в химической лаборатории».

5.3. -«Правила безопасности при работе с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами», ГОСТ 12.1.005.88.

5.4. -«Правила пожарной безопасности для учреждений, организаций и предприятий»,

5.5. Эксплуатация хроматографической аппаратуры и проведение соотвествующих измерений требуют соблюдения правил электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

6. Требования к квалификации операторов

6.1. К обработке проб воздуха и приготовлению градуировочных растворов допускаются лица, имеющие квалификацию химика, инженера или техника-химика и опыт работы в химической лаборатории.

6.2. К выполнению хроматографических измерений допускаются лица, имеющие квалификацию не ниже инженера-химика или химика, прошедшие соответствующие курсы обучения и стажировку в лабораториях, аккредитованных на выполнение анализов с применением настоящей методики.

7. Условия выполнения измерений

7.1. При отборе проб выбросов в газоходе допустимый перепад давления (мм вод. ст.) - 60; температура не более 400°С; запыленность до 10 г/м^3; влажность не более 80%.

7.2. Процессы приготовления растворов и подготовки проб проводят в вытяжных шкафах при температуре окружающего воздуха (18-22) °С.

7.3. Хроматографические измерения проводят в условиях, рекомендуемых описанием и инструкцией по эксплуатации прибора.

8. Подготовка к выполнению измерений

8.1. Подготовка растворителей, реактивов, вспомогательных растворов и сорбентов

8.1.1. Использованную стеклянную посуду перед дальнейшим употреблением ополаскивают последним из применявшихся растворителей и тщательно моют горячей водой с любым моющим порошком, ополаскивают метанолом и сушат.

8.1.2. Очистка растворителей

8.1.2.1. Гексан. В делительную воронку вместимостью 1 л помещают 500 мл гексана, добавляют 20 см3 концентрированной серной кислоты и энергично встряхивают в течение (2-3) мин. После отчетливого разделения жидкостей кислоту (нижний слой) отделяют и отбрасывают. Процедуру повторяют несколько раз до уменьшения интенсивности окраски слоя кислоты (допускается бледно-желтый цвет). Затем гексан в делительной воронке осторожно промывают дистилированной водой (не менее трех порций по 20 см3, до pH 6 водного слоя по универсальной индикаторной бумаге, в связи с возможным сильным разогреванием при первом промывании смесь осторожно встряхивают в открытой делительной воронке), раствором гидроксида натрия (20 см3) и снова водой (2-3 порции по 20 $см^3$ до нейтральной реакции по индикаторной бумаге). Далее гексан сушат безводным сульфатом натрия, кипятят в течение 24 ч над металлическим натрием, перегоняют с елочным дефлегматором, вторично кипятят над натрием 8 ч и повторно перегоняют со скоростью 1 $см^3$/мин, отбрасывая первые 50 $см^3$ дистиллята.

8.1.2.2. Диэтиловый эфир и метанол. Если эти растворители содержат примеси, влияющие на ход анализа (см.п.12.4), их очищают перегонкой с дефлегматором.

8.1.3. Подготовка вспомогательных растворов

Раствор гидроксида натрия. Взвешивают 0.4 г гидроксида натрия и помещают в мерную колбу объемом 100 $см^3$. Добавляют дистиллированную воду до метки. Раствор очищают экстракцией гексаном (две порции по 25 $см^3$) в делительной воронке объемом 250 $см^3$, интенсивно встряхивая смесь в течение 2-3 мин.

8.1.4. Осушка сульфата натрия

Натрий сернокислый безводный порциями по 100 г промывают в аппарате Сокслета хлористым метиленом (200 $см^3$) в течение 8 ч, высушивают на воздухе и прокаливают при 400^0C в течение 2-3 ч.

8.1.5. Подготовка сорбента.

8.1.5.1.Сорбент ХАД-2, номер по каталогу 42827 или 42821, имеет достаточную степень чистоты и может быть использован без дополнительной очистки. При использовании других сорбентов , имеющих примеси мешающие дальнейшему анализу, необходимо провести их очистку кипячением в аппарате Сокслета с последовательной сменой используемых в дальнейшем растворителей.

8.1.5.2. Приготовление адсорбционных трубок. В стеклянную трубку (вн.диам. 4 мм) , предварительно промытую дистиллированной водой, ацетоном и высушенную, вставляют небольшой кусочек стекловаты и

закрепляют в месте сужения трубки. Трубку заполняют сорбентом на высоту 5 см, и слой сорбента также закрепляют кусочком стекловаты. Заполненную сорбентом трубку промывают последовательно порциями по 5 $см^3$ гексана и дихлорметана и высушивают в токе азота при температуре 30°С в течение 30 мин. По окончании трубку герметизируют тефлоновыми заглушками. Трубки пригодны для пробоотбора без дополнительной регенерации в течение 2 недель.

8.2. *Приготовление градуировочных растворов*

8.2.1. Раствор смеси 16-ти ПАУ с массовой концентрацией 25 $мкг/см^3$. Шприцом вместимостью 100 $мм^3$ отбирают 50 $мм^3$ сертифицированного раствора смеси 16-ти ПАУ (концентрация каждого соединения 500 $мкг/см^3$) и помещают в стеклянный флакон вместимостью 1,8 $см^3$, куда с помощью шприца на 1 $см^3$ вносят 950 $мм^3$ метанола. Срок хранения раствора 6 месяцев при температуре от -10 до +5°С (раствор А).

8.2.2. Раствор смеси 16-ти ПАУ с массовой концентрацией 2,5 $мкг/см^3$ Шприцом вместимостью 100 $мм^3$ отбирают 50 $мм^3$ раствора смеси ПАУ с массовой концентрацией 25 $мкг/см^3$ и помещают в стеклянный флакон объемом 1.8 $см^3$. Затем туда же с помощью шприца объемом 1 $см^3$ прибавляют 450 $мм^3$ метанола (раствор Б).

8.2.3. Раствор смеси 16-ти ПАУ с массовой концентрацией 0,25 $мкг/см^3$. Шприцом на 50 $мм^3$ отбирают 20 $мм^3$ исходного раствора Б, помещают в стеклянный флакон объемом 1,8 $см^3$ и добавляют туда 180 $мм^3$ метанола, используя для этого шприц на 250 $мм^3$ (раствор В)

8.3. *Подготовка приборов к выполнению измерений*

8.3.1. Приборы включают и настраивают в соответствии с их описанием и руководством по эксплуатации. Рекомендуется непрерывная работа приборов в ходе градуировки и последующих аналитических определений.

8.3.2. После настройки приборов выполняют их градуировку (см. п. 8.4).

8.4. *Градуировка приборов*

8.4.1. При градуировке используют три раствора с концентрацией ПАУ, соответствующей началу, середине и концу диапазона. При измерениях низких концентраций ПАУ в воздухе рекомендуется использовать раствор В (см.п. 8.2.3). При больших концентрациях ПАУ используют раствор А или Б (см.п.8.2.1 и п.8.2.2). Каждый из растворов вводят в хроматограф не менее двух раз (параллельные определения).

По хроматограмме определяют площадь пика анализируемого вещества. Зависимость массы вещества в градуировочном растворе от площади пика выражается уравнением:

$$Q_{гр} = k \cdot A, \qquad (1)$$

где:

$Q_{гр}$ - масса определяемого вещества введенного в хроматограф, мкг;

A - площадь хроматографического пика, ед.счета;

k - градуировочный коэффициент, мкг/ед.счета.

Массу органического вещества, введенного в хроматограф, рассчитывают по формуле:

$$Q_{гр} = c_{гр} \cdot V_{гр}, \qquad (2)$$

где:

$c_{гр}$ - концентрация органического вещества в градуировочном растворе, мкг/см^3;

$V_{гр}$ = объем градуировочного раствора, введенного в хроматограф ; см^3 .

Вычисляют значение градуировочного коэффициента для каждой из точек по формуле:

$$k_i = \frac{Q_i}{A_i}, \qquad (3)$$

где:

$$A_i = \frac{A_{i1} + A_{i2}}{2} \qquad (4)$$

Рассчитывают среднее арифметическое значение градуировочного коэффициента $k_{ср.}$ по формуле

$$k_{ср.} = \frac{\Sigma k_i}{n} \qquad (5)$$

где:

n - количество точек.

Вышеуказанную процедуру градуировки проводят при постановке методики на хроматограф, после ремонта хроматографа. Периодический контроль градуировочных коэффициентов проводят в соответствии с п. 12.

Хроматографичекие условия измерений:

обьем вводимой пробы, мкл (в зависимости от предполагаемой концентрации ПАУ)	4-20
количество вводимых веществ	
для УФ-детектора (нг)	10-20
для флуориметрического детектора (нг)	1-5
(проба вводится с помощью автоматического устройства или крана-дозатора)	
элюент: смесь ацетонитрила с водой в соотношении	
для колонки «Vidac»	95:5%
для колонки «Supelco»	75:25%
(изократический режим)	
для колонки «Vidac» (градиентный режим)	исходная смесь 50:50%, за 20 мин концентрация ацетонитрила увеличивается до 100%, 10 мин. изократически 100% ацетонитрил.
эффективность колонок (тыс.теор.тар.)	не менее 10
отношение выходного сигнала хроматографа к шуму должно быть не менее	10:1
детекторы	флуориметрический или спектрофлуориметрический, фотометрический или спектрофотометрический (на основе диодной матрицы).

Основные хроматографические характеристики представлены в таблице 2.

Таблица 2. Хроматографические характеристики разделения ПАУ на различных типах колонок.

Наименование вещества	А[1]		Б[2]	
	Среднее время удерживания, мин	Относительное отклонение %	Среднее время удерживания, мин	Относительное отклонение %
Нафталин	3,46	0,14	-	-
Аценафтилен	3,60	0,28	-	-
Флуорен	3,87	0,65	-	-
Аценафтен	3,87	0,65	-	-
Фенантрен	4,18	0,84	3,59	0,56
Антрацен	4,54	1,32	3,96	1,64
Флуорантен	4,97	1,81	4,51	1,88
Пирен	5,49	1,91	4,99	2,30
Бенз[a]антрацен	7,14	3,64	7,05	2,55
Хризен	8,02	4,30	7,66	2,87
Бенз[b]флуорантен	11,15	5,65	11,09	2,84
Бенз[k]флуорантен	13,51	6,77	13,08	3,21
Бенз[a]пирен	15,60	6,57	14,66	2,69
Дибенз[a,h]антрацен	20,68	8,24	20,86	3,16
Бенз[g,h,i]перилен	23,35	7,26	21,76	2,84
Индено[1,2,3–c,d]пирен	27,50	8,45	-	-

[1]Колонока «Vidac», C_{18}, 15 см × 0.46 см, размер зерна 5 мкм, скорость пропускания элюента 1 мл/мин. УФ-детектор (на основе диодной матрицы). Регистрационная длинна волны 254 нм

[2]Колонка «Supelco», C_{18}, 15 см х 0,46 см, размер зерна 5 мкм, скорость пропускания элюента 1 мл/мин. Детектор флуориметрический («Флуорат», фильтр СЗС-22).

8.4.2. Регистрируют хроматограммы по поглощению анализируемых веществ в УФ-свете или флуоресценции.

8.5. *Отбор проб, хранение и обращение с ними*

8.5.1. Способ отбора проб воздуха определяется характером и источником загрязнений и другими особенностями объектов анализа.

8.5.2. Колонка с ХАД-2 предварительно промывалась 15 мл диэтилового эфира и сушилась в токе азота. Пробы воздуха рабочей зоны отбирают путем аспирации воздуха через фильтр-патроны (фильтр АФА-ХП-20, колонка с сорбентом ХАД-2, размер зерна 0,3-1 мм, высота слоя сорбента 5 см) со скоростью 3 $дм^3$/мин.

Пробы промышленных выбросов отбирают через отверстие в газоходе при соблюдении равенства скоростей газов в точке отбора и во входном

сечении пробоотборного устройства. Выбирают прямолинейный (лучше вертикальный) участок газохода, удаленный от вентилятора и регулирующих устройств. Длина участка должна быть не менее 8 диаметров, из них до сечения газохода, где производятся замеры не менее 6 диаметров и после него - не менее 2 диаметров. При отсутствии прямолинейных участков необходимой длины допускается расположить мерное сечение в месте, делящем выбранный для измерения участок в отношении 3:1 в направлении движения воздуха.

При помощи пневмометрической трубки и микроманометра определяют динамический напор в точке отбора пробы газа в газоходе, температуру газа, как это описано в ГОСТ 17.2.4.06-90.

Для соблюдения условия изокинетичности рассчитывают требуемую объемную скорость отбора пробы по формуле:

$$V = 0{,}208 \times d^2 \times \sqrt{K^1 \times K^2 \times h_{дин} \times \frac{1}{P_k} \times \frac{(273 + t_p)(B \pm P_r)}{(273 + t_r)(B - P_p)}}, \text{ дм}^3/\text{мин} \quad (6)$$

где: d - внутренний диаметр носика патрона, мм;
K_1 - коэффициент пневмометрической трубки, доли ед.;
K_2 - коэффициент микроманометра, доли ед.;
$h_{дин}$ - показания микроманометра, мм;
B - барометрическое давление, мм рт.ст.;
P_p - разрежение у реометра, мм рт.ст.;
t_r - температура газа в газоходе, °С;
P_k - плотность воздуха при условии градуировки ремометра, кг/м^3 ;
P_r - разрежение (-) или давление (+) газа в газоходе мм рт.ст.

После отбора фильтр удаляют из фильтродержателя с помощью пинцета и помещают в чистые склянки из темного стекла с притертыми пробками. Сорбционную трубку герметизируют заглушками. До анализа пробы хранят в холодильнике при температуре от 0 до 5°С. Срок их хранения до экстракции не должен превышать 7 суток. Склянки с пробами (фильтр и сорбент) снабжают этикетками, на которых указывают номер и вид пробы, дата и место отбора.

Объем отобранной пробы приводится к нормальным условиям (0°С, 101.33 кПа) по формуле:

$$V_н = \frac{V_p \, 273{,}2 \, (P \pm \Delta P)}{(273{,}2 + t) \, 101.3} \quad (7)$$

где: $V_н$ - объем газа, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям, дм^3;
V_p - объем пробы газовых выбросов, замеренный по ротаметру, дм^3;
P - атмосферное давление, кПа;
ΔP - давление (разрежение) в газоходе, кПа;
t - температура воздуха во время отбора пробы, °С.

9. Выполнение измерений

9.1. *Экстракция органических соединений с фильтр-патрона.*

Фильтр помещают в стеклянный флакон емкостью 20 см^3 и заливают 10 см^3 гексана. Полученную суспензию помещают в ультразвуковую баню где ее трижды по 5 мин подвергают ультразвуковой обработке (мощность генератора 35 Вт, рабочая частота 22 кГц).

Через колонку с ХАД-2 пропускают 15 см^3 диэтилового эфира. Элюат собирают в стеклянный флакон емкостью 20 см^3. Растворитель упаривают досуха в токе азота при t = 20°С.

Гексановый экстракт декантируют во флакон с сухим остатком эфирного экстракта, фильтр промывают дважды 5 см^3 гексана. Объединенный гексановый экстракт упаривают досуха в токе азота при t = 20°С.

При использовании фильтра АФАС-ПАУ экстракцию проводят также в ультразвуковой бане три раза по 15-20 мин. В качестве экстрагента используют этиловый спирт или смесь этилового спирта с диэтиловым эфиром в том случае, если экстракт перед анализом необходимо концентрировать.

9.2. *Очистка экстракта*

Для очистки экстракта подготавливают стеклянную колонку (вн.диам. 0,4 см) с фильтром из стекловолокна и заполняют ее суспензией ХАД-2 (размер частиц 0,125-0,15 мм) в метаноле. Высота слоя сорбента 3,5 см. Перед началом работы колонку промывают 5 см^3 метанола, 5 см^3 диэтилового эфира и 10 см^3 смеси метанол-вода (40:60 % по объему).

Сухой остаток растворяют в 4 см^3 метанола и разбавляют 6 см^3 дистиллированной воды. Водно-метанольную смесь пропускают через колонку с ХАД-2 со скоростью 2 см^3/мин под давлением азота для обеспечения требуемой скорости. После пропускания всего объема пробы через колонку в течение 1 мин. продувают азот для удаления остатков водно-метанольной смеси. Затем колонку промывают 3 см^3 метанола и 5 см^3 диэтилового эфира последовательно. Метанольный экстракт отбрасывают, а эфирный собирают в стеклянный флакон емкостью 5 см^3 и полностью упаривают эфир. Конечный объем упаренного экстракта доводят метанолом до объема 50-500 мм^3 в зависимости от предполагаемого загрязнения анализируемой пробы.

Аликвоту экстракта пробы в этиловом спирте с фильтра АФАС-ПАУ разбавляют метиловым спиртом примерно 1:10 и далее проводят очистку по процедуре описанной выше.

9.3. *Хроматографический анализ экстрактов.*

Количественный анализ экстрактов осуществляют в том же режиме работы измерительной системы, в котором проводится ее градуировка (раздел 8). Проводят два измерения (параллельных определения) для каждого из экстрактов. Для каждого определяемого ПАУ в каждом параллельном измерении определяют в хроматограммах площади пиков этого соединения.

Идентификация компонентов жидких экстрактов проводится:

•при использовании флуориметрического детектора по параметрам удерживания (табл.4), в определенных случаях возможна регистрация на двух и более парах длин волн для увеличения надежности идентификации

•при использовании УФ-детектора на основе диодной матрицы по УФ-спектрам и времени удерживания (табл.2)

В условиях термостатирования интервал времен удерживания может быть меньше, чем указан в табл.2, что увеличивает надежность идентификации.

10. *Обработка результатов измерений*

10.1. *Идентификация ПАУ*

Результатом идентификации (качественного определения) является правильное отнесение хроматографических пиков к индивидуальным химическим соединениям.

При хроматографическом анализе (с применением высокоэффективных аналитических колонок и термостатированием) основным параметром, по которому проводится идентификация является параметр удерживания, при использовании абсолютных времен удерживания должно наблюдаться совпадение в пределах 10 сек. В спорных случаях необходимо привлечение более надежных методов - использование УФ-спектров. Время удерживния ПАУ должно попадать в диапазон времени удерживания, который установлен для градуировочных растворов и указан в табл.2 для каждого соединения.

Для надежной идентификации по УФ-спектрам с использованием метода компьютерного библиотечного поиска спектр идентифицируемого соединения не должен отличаться от библиотечного более чем на 10-20%

10.2. *Количественное определение*

10.2.1. Вне зависимости от используемого метода анализа концентрацию определяемого вещества в пробе вычисляют по формулам:

$$c_i = \frac{k_{ср} \cdot A_i \cdot V_i}{V_o} ; \qquad (8)$$

$$V_i = \frac{V_{экстр.}}{V_в} ; \qquad (9)$$

где:

c_i - массовая концентрация определяемого вещества, мг/м^3;

$k_{ср}$ -среднеарифметический градуировочный коэффициент вещества , мг/ед.счета;

A_i - площадь пика определяемого вещества , ед.счета;

$V_{экстр}$ - объем конечного экстракта, см^3;

$V_в$ - объем экстракта, введенного в хроматограф, см^3;

V_o - объем исследуемой пробы воздуха, м^3 .

11. Оформление результатов измерений

Результат измерения массовой концентрации каждого определяемого соединения представляют в форме:

$$c \pm 0{,}25\,c$$

12. Контроль погрешности МВИ

12.1.*Контроль работы хроматографа.*

Нормальная работа хроматографа характеризуется постоянством давления в жидкостной схеме и стабильностью сигнала, регистрирующего флуоресценцию или поглощение в УФ-области. При сомнительных результатах, резком уменьшении сигналов проверяют чувствительность прибора по градуировочному раствору Б в условиях измерения, указанных в разделе 8.4.

12.2. *Контроль точности результатов измерений.*

При проведении контроля точности измерений по данной МВИ выполняют следующие операции:

12.2.1. Для контроля точности измерений ежедневно перед началом анализа исследуемого образца определяют времена удерживания контрольных веществ. В процессе работы времена удерживания могут меняться в интервале указанном в п.9.3.

12.2.2. *Контроль сходимости выходных сигналов хроматографа.* Контролируемым параметром является относительный размах выходных сигналов хроматографа. Контроль осуществляется при проведении градуировки, при периодическом контроле градуировочных коэффициентов, а также при анализе проб. Результат контроля признается положительным при выполнении условия:

$$\frac{A_{max} - A_{min}}{A_{ср}} \cdot 100 \le 20\% \qquad (10)$$

где:

A_{max} - максимальная площадь хроматографического пика, ед.счета;

A_{min} - минимальная площадь хроматографического пика, ед.счета;

$A_{ср}$ - среднее арифметическое значение площадей пиков, полученных при параллельных вводах раствора.

12.2.3. *Контроль правильности построения градуировочной характеристики.*

Контролируемым параметром является размах градуировочных коэффициентов относительно среднего значения. При этом градуировочные коэффициенты вычисляются как среднее арифметическое из двух параллельных. Качество градуировки считают удовлетворительным при выполнении условия:

$$\frac{k_{max} - k_{min}}{k_{ср.}} \cdot 100 \leq 30\% \qquad (11)$$

где:

k_{max} - максимальное значение градуировочного коэффициента вещества, мг/ед.счета;

k_{min} - минимальное значение градуировочного коэффициента вещества, мг/ед.счета;

$k_{ср.}$ - среднее арифметическое значение градуировочного коэффициента вещества по трем значениям диапазона измерения, мг/ед.счета.

Контроль проводят каждый раз при построении градуировочной зависимости.

Если условие (9) не выполняется, то проводят переградуировку прибора.

12.2.4. *Контроль стабильности градуировочной характеристики.*

Контроль проводится один раз в день. Контроль проводят по растворам, приготовленным в соответствии с п. 8.2. Используют два раствора, в которых массовые концентрации определяемых веществ находятся в начале и конце рабочего диапазона.

Результаты контроля считают положительными при выполнении условия:

$$\frac{k_i - k}{k} \cdot 100 \leq 20\%, \qquad (12)$$

где k - ранее установленное значение градуировочного коэффициента.

При отрицательных результатах контроля необходимо провести градуировку прибора в соответствии с п. 8.4.

12.4. *Контроль помех по результатам холостого опыта*

Анализ холостой пробы воздуха необходимо проводить в ходе каждой серии измерений 20-30 проб, чтобы убедиться в отсутствии загрязнений и помех, источниками которых могут быть хроматографическая система, реактивы и материалы. Опыт проводят с экстрактами образцов воздуха, в которых отсутствуют ПАУ и которые полностью прошли стадию пробоподготовки (см. раздел 9). В случае обнаружения загрязнений, проявляющихся в появлении сигналов, которые при заданных значениях времен удерживания и длин волн превышают уровень 5% от значений массовой концентрации определяемых ПАУ, обнаруживают источник этих помех, последовательно анализируя используемые реактивы. Эту операцию осуществляют также при использовании новой партии реактивов.

Приложение.

Таблица П1.

Определяемые ПАУ и среднее значение определения некоторых из них (нг/в пробе).

№ п/п	Вещество	Задано	Найдено							
			C_1	C_2	C_3	C_4	C_5	$C_{ср.}$	±σ	%S
1 2	Флуорен Аценафтен	680	811	643	680	-	-	711	88	12,4
3	Фенантрен	340	362	312	323	377	265	327	44	13,5
4	Антрацен	340	398	335	347	428	308	363	49	13,4
5	Флуорантен	340	339	294	320	370	293	323	32	9,9
6	Пирен	340	350	332	350	372	324	346	19	5,5
7 8	Хризен Бенз[α]антрацен	680	730	619	693	803	623	694	77	11,1
9	Бенз[b]флуорантен	-	-	-	-	-	-	-	-	-
10	Бенз[k]флуорантен	-	-	-	-	-	-	-	-	-
11	Бенз[a]пирен	340	356	299	341	381	310	337	34	10,0
12	Дибенз[a,h]антрацен	170	185	136	149	213	174	171	30	17,8
13	Бенз[g,h,i]перилен	170	209	196	156	157	115	167	37	22,2
14	Индено[1,2,3-c,d]пирен	-	-	-	-	-	-	-	-	-
15	Аценафтилен	-	-	-	-	-	-	-	-	-

Детектирование проводилось с использованием флуориметрического детектора (λ_{ex}= 255 нм, λ_{em}= 420 нм).

Для выполнения измерений были выбраны отдельные ПАУ, проявляющие характерные свойства для группы соединений с таким же количеством колец.

Таблица1. Площади хроматографических пиков модельных соединений.

Таблица 1.1

С-2.5 нг/ввод					
	A1	A2	A3	Acp.	Размах выходных сигналов. %
fluor.+acen.	9,97	10,09	10,03	10.03	1.2
phenanthr.	22,37	22,69	22.82	22.63	2,0
anthrac.	42.45	43.85	43.92	43.41	3.4
fluoranth.	5.900	6.080	6,810	6.263	14,5
pyrene	-	5,560	5,050	5.305	9,6
b(a)anthr.	14.21	13.72	15.36	14.43	11.4
chrysene	23.59	21.95	24.09	23.21	9,2
b(b)fluoranth.	15.95	15.83	16.44	16.07	3.8
b(k)fluoranth.	10.6	11,35	12.13	11.36	13.5
b(a)pyrene	16,23	17.28	14,34	15.95	18,4

Таблица 1.2

С-5 нг/ввод					
	A1	A2	A3	Acp.	Размах выходных сигналов. %.
fluor.+acen.	18.80	19.97	20.96	19.91	10,8
phenanthr.	42,23	43,93	44,91	43,69	6,1
anthrac.	81.29	81,96	83,13	82,13	2,2
fluoranth.	10.95	11,47	12,49	11.64	13,2
pyrene	9,07	9,53	10,01	9.54	9,9
b(a)anthr.	25,78	26,74	26,64	26,39	3,6
chrysene	48.10	44,73	45,08	45.97	7,3
b(b)fluoranth.	30.70	29,74	28,29	29,58	8,1
b(k)fluoranth.	16,58	17,34	17,86	17,26	7,4
b(a)pyrene	25.58	25,31	27.88	26.26	9.8

Таблица 1.3.

С-10 нг/ввод					
	A1	A2	A3	Acp.	Размах выходных сигналов. %
fluor.+acen.	39.44	36,57	34,68	35,63	13.4
phenanthr.	90.46	84.19	79.80	81.99	13,0
anthrac.	170.5	160.0	153.8	156.9	10,7
fluoranth.	24.82	21.87	21,54	21.71	15,1
pyrene	19.64	19,33	18,05	18,69	8,5
b(a)anthr.	54.87	51.98	50.25	51.12	9,0
chrysene	90.77	86,07	86.22	86.15	5.5
b(b)fluoranth.	62.59	63.12	58.96	61.04	6,8
b(k)fluoranth.	37.40	35,74	32.67	34.21	13.8
b(a)pyrene	56.80	52.35	48.41	50.38	16.7

Таблица 1.4.

С-20 нг/ввод					
	A1	A2	A3	Acp.	Размах выходных сигналов. %
fluor.+acen.	67,67	67,59	68,07	67,78	0,7
phenanthr.	156.9	156,2	153,5	155.5	2,1
anthrac.	294,8	295,5	294,7	295.0	0,3
fluoranth.	38.84	40,63	38.92	39.46	4.5
pyrene	33.17	33,24	33,15	33,2	0,3
b(a)anthr.	99.26	98,95	98,02	98,7	1,3
chrysene	168.9	165,7	164.3	166,3	2,7
b(b)fluoranth.	111.8	111.0	113,1	112.0	1.9
b(k)fluoranth.	67.80	67.33	67,70	67,61	0,7
b(a)pyrene	99.43	99,99	101.2	100.2	1,8
db(a,h)anthrac.	-	26.12	24.69	25,41	5,6
db(g,h,i)peryl.	42,78	41,41	43,30	42,50	4.4
indeno(1,2,3-c,d)pyrene	96.04	94,73	95,83	95,53	1,4

Таблица 1.5.

С-40 нг/ввод					
	A1	A2	A3	Acp.	Размах выходного сигнала, %.
fluor.+acen.	133,7	135,0	143,1	137,3	6,8
phenanthr.	304,3	313,2	319,6	312,3	4,9
anthrac.	573,3	578,5	583,9	578,6	1,8
fluoranth.	79,43	82,24	85,68	82,45	7,6
pyrene	66,52	67,38	69,33	67,74	4,1
b(a)anthr.	196,9	197,0	199,1	197,7	1,1
chrysene	326,2	334,8	337,3	332,8	3,3
b(b)fluoranth.	219,1	227,1	228,1	224,7	4,0
b(k)fluoranth.	136,4	134,7	135,2	135,5	1,3
b(a)pyrene	200,6	199,4	203,7	201,2	2,1
db(a,h)anthrac.	51,06	54,48	51,45	52,33	6,5
db(g,h,i)peryl.	77,78	81,93	83,52	81,08	7,1
indeno(1,2,3-c,d)pyrene	184,7	190,6	188,3	187,9	3,2

Таблица 1.6.

С-80 нг/ввод					
	A1	A2	A3	Acp.	Размах выходного сигнала, %.
fluor.+acen.	268,4	268,5	268,1	268,3	0,1
phenanthr.	622,3	624,8	624,4	623,8	0,4
anthrac.	1098	1106	1104	1103	0,7
fluoranth.	164,5	165,2	165,2	165,0	0,4
pyrene	135,8	137,2	136,7	136,6	1,0
b(a)anthr.	401,7	404,4	405,4	403,8	0,9
chrysene	683,0	660,7	662,1	668,6	3,3
b(b)fluoranth.	457,2	457,3	460,6	458,4	0,8
b(k)fluoranth.	280,6	273,6	274,0	276,1	2,5
b(a)pyrene	413,4	413,9	413,3	413,5	0,2
db(a,h)anthrac.	104,2	103,8	105,2	104,4	1,3
db(g,h,i)peryl.	161,8	156,5	167,3	161.9	6,7
indeno(1,2,3-c,d)pyrene	382,0	382,0	383,5	391,5	0,4

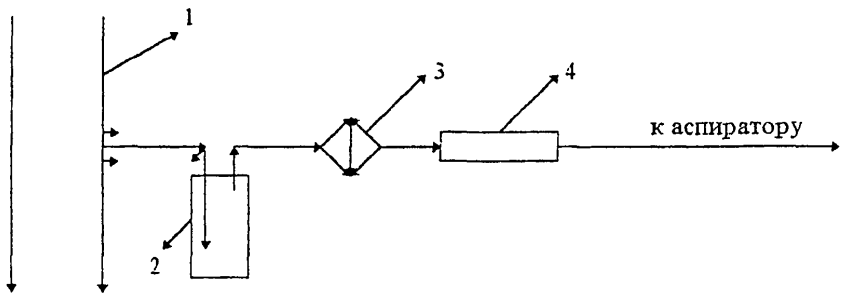
Табл.1.7.

С-250 нг/ввод					
	A1	A2	A3	Acp.	Размах выходного сигнала, %.
fluor.+acen.	835,4	830,4	799,4	821,7	4,4
phenanthr.	2010	1997	2039	2015	2,1
anthrac.	3552	3516	3606	3558	2,5
fluoranth.	513,1	512,3	534,8	520,1	4,3
pyrene	444,6	429,5	467,8	447,3	8,6
b(a)anthr.	1292	1307	1356	1318	4,9
chrysene	1907	1917	1980	1935	3,8
b(b)fluoranth.	1451	1481	1506	1479	3,7
b(k)fluoranth.	990,8	986,7	1012	996,5	2,5
b(a)pyrene	1331	1335	1358	1341	2,0
db(a,h)anthrac.	306.4	294,8	347,9	316,4	0,4
db(g,h,i)peryl.	500.0	492,0	529.6	507,2	7,4
indeno(1,2,3-c,d)pyrene	1294	1290	1321	1302	2,4

Таблица 2. Градуировочные коэффициенты для различных количеств введенных в хроматограф веществ. (2,5, 5, 10, 20, 40, 80 и 250 нг)

	$k_{2,5}$	k_5	k_{10}	k_{20}	k_{40}	k_{80}	k_{250}	k ср.	Размах градуировочного коэффициента, %
fluor.+acen.	0,2492	0,2511	0,2807	0,2951	0,2914	0,2981	0,3042	0,2814	19,5
phenanthr.	0,1105	0,1144	0,1220	0,1286	0,1281	0,1282	0,1241	0,1223	14,8
anthrac.	0,0576	0,0609	0,0637	0,0678	0,0691	0,0726	0,0703	0,0657	22,8
fluoranth.	0,3991	0,4297	0,4607	0,5068	0,4851	0,4850	0,4807	0,4639	23,2
pyrene	0,4717	0,5243	0,5350	0,6026	0,5905	0,5857	0,5589	0,5527	23,4
b(a)anthr.	0,1732	0,1895	0,1956	0,2025	0,2024	0,1981	0,1897	0,1930	15,1
chrysene.	0,1077	0,1088	0,1161	0,1203	0,1202	0,1196	0,1292	0,1174	18,31
b(b)fluoranth.	0,1555	0,1690	0,1638	0,1786	0,1780	0,1745	0,1690	0,1698	13,6
b(k)fluoranth.	0,2201	0,2897	0,2924	0,2958	0,2953	0,2898	0,2509	0,2763	25,2
b(a)pyrene	0,1567	0,1904	0,1985	0,1996	0,1988	0,1934	0,1864	0,1891	22,6
db(a,h)anthrac.	-	-	-	0,7872	0,7644	0,7661	0,7901	0,7770	3,3
db(g,h,i)peryl.	-	-	-	0,4706	0,4934	0,4942	0,4929	0,4878	4,8
indeno(1,2,3-c,d)pyrene	-	-	-	0,2093	0,2129	0,2091	0,1920	0,2058	10,2

Схема отбора газовой пробы.



1- технологический трубопровод, 2 - каплеотделитель, 3 - фильтр АФА-ХП- 20. 4 - патрон с сорбентом.

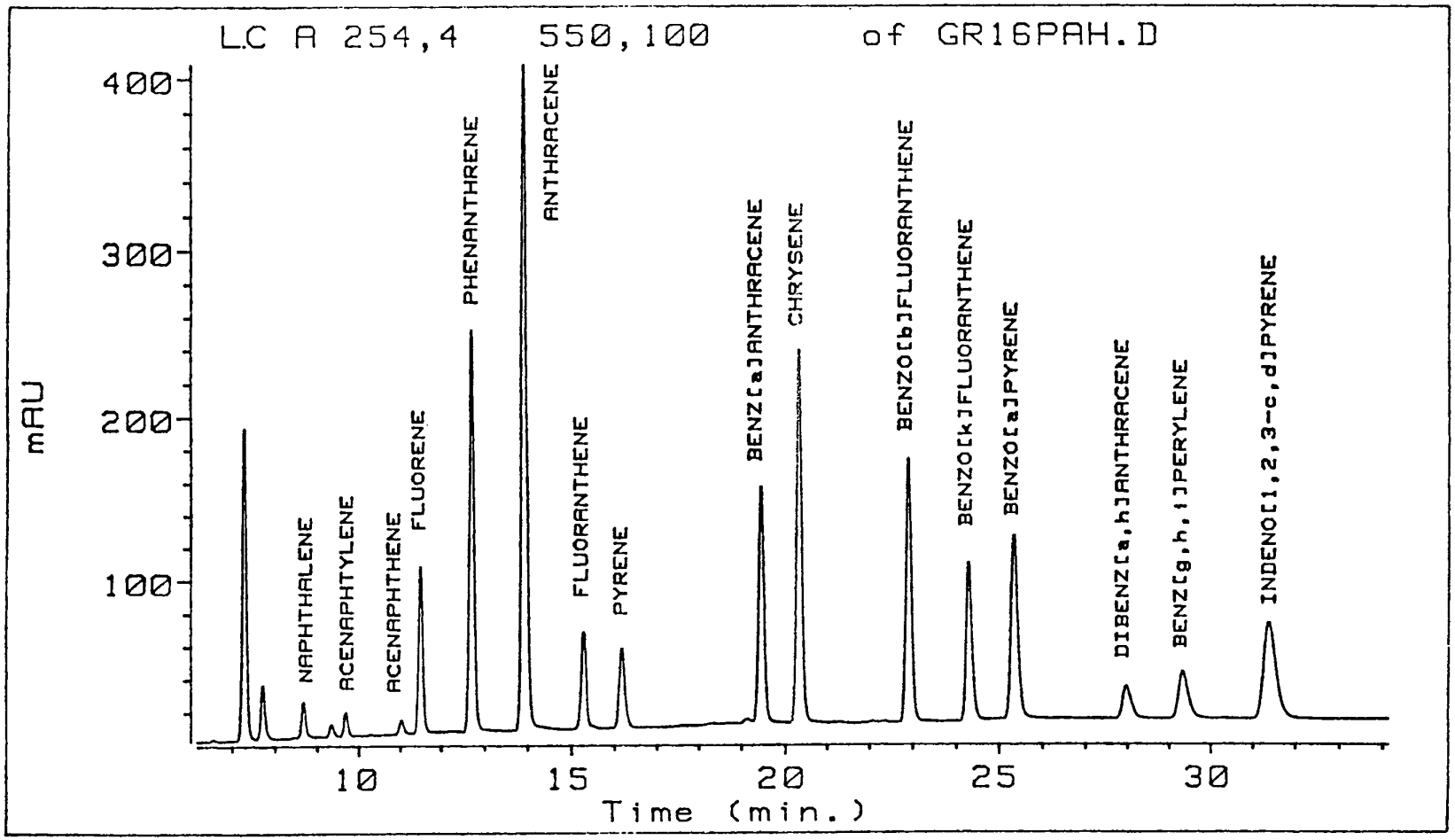


Рис.1. Хроматограмма стандартной смеси 16-ти ПАУ (градиентный режим подачи состава элюента).

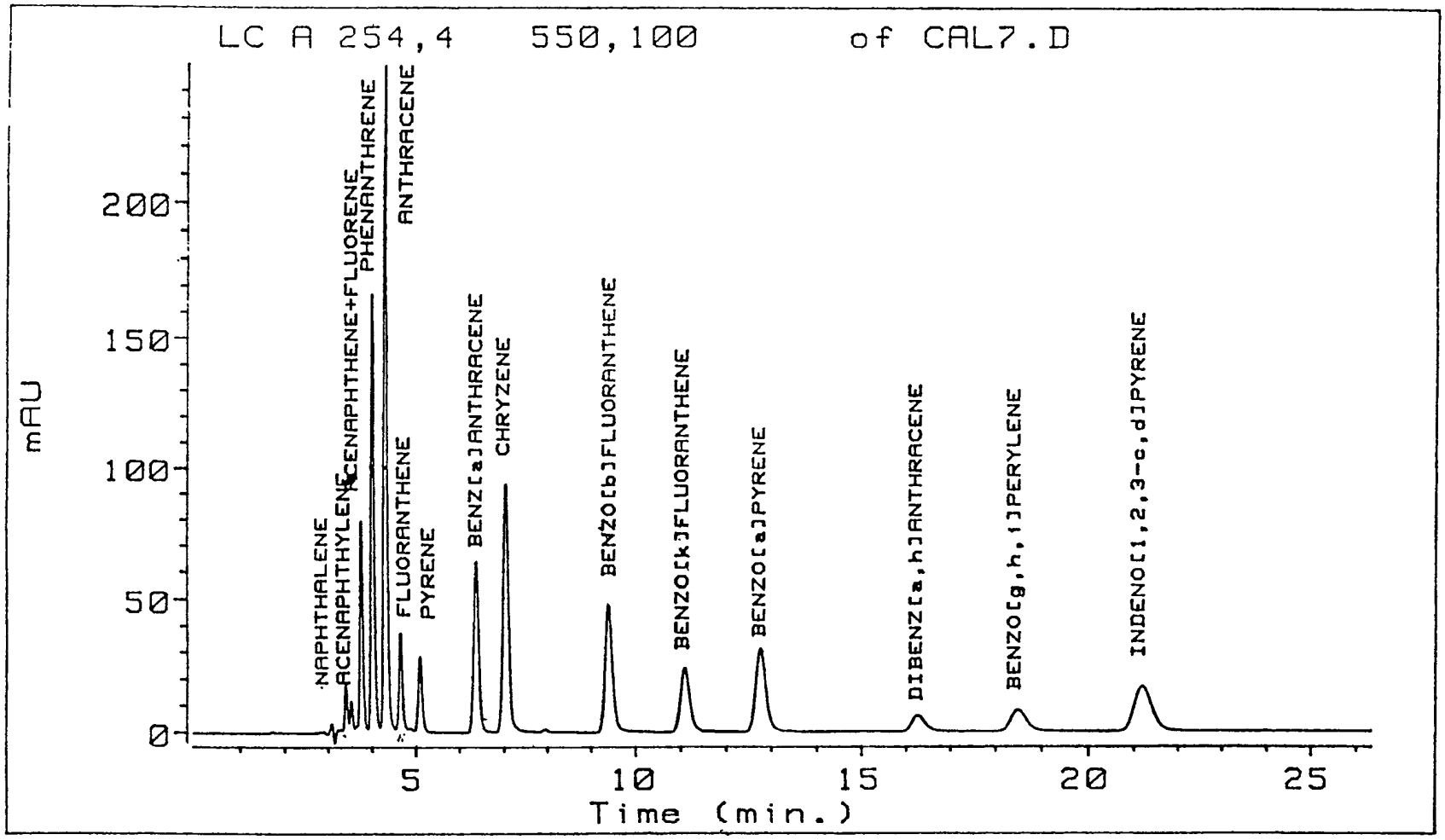


Рис.2. Хроматограмма стандартной смеси 16-ти ПАУ (изократический режим подачи состава элюента).

КОМИТЕТ
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ

D.I.MENDELEYEV INSTITUTE FOR METROLOGY (VNIIM)

State Centre for Measuring Instrument Testing and Certification

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ "ВНИИМ им.Д.И.Менделеева"

Государственный сертификационный испытательный центр средств измерений

19 Moskovsky pr.
St.Petersburg
198005, Russia
Fax (812) 113 01 14
Phone (812) 251 76 01
(812) 259 97 59
E-mail gost.e-ecolog.ru

198005
Санкт-Петербург
Московский пр., 19
Факс (812) 113 01 14
Телефон (812) 251 76 01
(812) 259 97 59
Телетайп 821 788
E-mail gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО
CERTIFICATE OF COMPLIANCE

№ _____

ОБ АТТЕСТАЦИИ МВИ

2420/10-99 от 15.02.99 г.

Методика выполнения измерений массовой концентрации полиароматических углеводородов в воздухе рабочей зоны и промышленных выбросах, разработанная НИИ ГП и ЭЧ и НПО «Мониторинг» г. Санкт-Петербург, и регламентированная в "Методике выполнения измерений массовой концентрации полиароматических углеводородов в воздухе рабочей зоны и промышленных выбросах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии» М-МВИ-52-99, аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке МВИ и экспериментальных исследований.

В результате аттестации МВИ установлено, что МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на обратной стороне свидетельства.

Методика прошла экспертизу в НИИ «Атмосфера». Экспертное заключение № 95/33-09Ц от 12.04.99 г.

Руководитель лаборатории
Государственных эталонов в области
аналитических измерений Л.А.Конопелько
тел. 315-11-45

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МВИ

Границы относительной погрешности измерений массовой концентрации 15 полиароматических углеводородов (антрацена, аценафтена, аценафтилена, бенз[α]антрацена, бенз[a]пирена, бенз[b]флуорантена, бенз[k]флуорантена. бенз[g,h,i]перилена, дибенз[a,h]антрацена, индено[1,2,3-c,пирена, пирена, фенантрена, флуорантена, флуорена, хризена)

в диапазоне от $7 \cdot 10^{-5}$ до $140 \cdot 10^{-3}$ мг/м^3 ± 25 % при доверительной вероятности 0,95.

НОРМАТИВЫ ОПЕРАТИВНОГО КОНТРОЛЯ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

1.Норматив контроля сходимости выходных сигналов хроматографа (п. 12.2.2 МВИ):

допускаемый размах выходных сигналов хроматографа относительно среднего значения - 20 % (n=2, P=0,95).

2. Норматив контроля правильности построения градуировочной характеристики (п.12.2.3 МВИ):

допускаемый размах градуировочных коэффициентов относительно среднеарифметического значения - 30 %.

3. Норматив контроля стабильности градуировочной характеристики (п. 12.2.4 МВИ):

допускаемое относительное отклонение полученного значения градуировочного коэффициента от ранее установленного ± 22 %.

Ведущий инженер Г.Н.Котов

ОТКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
“Научно-исследовательский институт охраны атмосферного воздуха”
ОАО “НИИ Атмосфера”

НИИ АТМОСФЕРА

194021, г.Санкт-Петербург, ул.Карбышева, 7, тел./факс: (812) 297-86-62
E-mail: gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru
ОКПО: 23126426, ОГРН: 1097847184555, ИНН/КПП: 7802474128 / 780201001

Исх. № 1-671/14-0-2 от 01.04.2014 г.

На № 807 от 26.03.2014 г.

Генеральному директору
ООО «Мониторинг»
Т.М. Королевой

190013, г. Санкт-Петербург, а/я 113

О продлении срока действия
экспертного заключения на МВИ

Настоящим письмом срок действия экспертного заключения НИИ Атмосфера №95/33-09 от 12.04.1999 г. на «Методику выполнения измерений массовой концентрации **полиароматических углеводородов** в воздухе рабочей зоны и промышленных выбросах методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (№М-МВИ-52-99, ФР.1.31.2004.01264)» продлен до **12.04.2019** года.

И.о. генерального директора **С.Э.Левен**

Открытое акционерное общество «Научно-исследовательский институт охраны атмосферного воздуха» Санкт-Петербург

Исп. Л.И. Короленко
Тел/факс: (812) 380-92-41

gost.e-ecolog.ru