«Центр экологических исследований»

УТВЕРЖДАЮ
Директор ООО
«Центр экологических
исследований»

А.М. Царев



"_____" _____ 2000 г.

Методика действительна только с оригинальной печатью

МЕТОДИКА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОГО ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АЛИФАТИЧЕСКИХ СПИРТОВ (МЕТАНОЛА, ЭТАНОЛА, ПРОПАНОЛА-1, ПРОПАНОЛА-2, БУТАНОЛА-1, БУТАНОЛА-2, ИЗОБУТАНОЛА) В ПРОМЫШЛЕННЫХ ВЫБРОСАХ С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ УНИВЕРСАЛЬНОГО ОДНОРАЗОВОГО ПРОБООТБОРНИКА

МВИ 02 - 2000

Аттестована ГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
Свидетельство №2420-61/2000 от 3.08.2000 г.

Санкт-Петербург
2000 г.

gost.e-ecolog.ru

Настоящая методика предназначена для определения алифатических спиртов (метанола, этанола, пропанола-1, пропанола-2, бутанола-1, бутанола-2, изобутанола) в выбросах производств, связанных с получением или использованием данных веществ.

Диапазон измеряемых массовых концентраций вышеуказанных веществ составляет от 0,5 до 1000 мг/м^3.

Определение может проводиться в присутствии карбоновых кислот, ацетона, ацетальдегида, метилэтилкетона, диэтилового эфира.

Методика не может использоваться для контроля выбросов, в которых присутствуют этанол совместно с пропанолом-2 или пропанол-1 совместно с бутанолом-2, так как эти соединения имеют близкие времена удерживания и будут определяться суммарно.

При отборе проб должны выполняться следующие условия:

температура газа в газоходе	до 200^{0}С
избыточное давление (разрежение)	± 10 кПа
относительная влажность	от 30 до 95%

1. Характеристики погрешности измерений

Границы относительной погрешности результата измерений ± 23 % при доверительной вероятности 0,95.

2. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детекторам (чувствительность по пропану 2х 10^{-11}г/с).

Хроматографическая колонка из нержавеющей стали, длиной 3 м и внутренним диаметром 2 мм.

Микрошприц марки Газохром – 101, ТУ 2505-2152-76.

Весы лабораторные ВЛР-200т, 2-го класса точности, ГОСТ 24104-88.

Барометр мембранный метеорологический, ГОСТ 23696-79.

Термометр, диапазон измерения от 0^{0}С до 100^{0}С, ГОСТ 2045-71.

Аспиратор для отбора проб воздуха, модель 822, ТУ 64-1-862-77.

Счетчик газа бытовой Галлус – 2000, № 13750-96 в Госреестре средств измерений.

Водоструйный насос вакуумный, ГОСТ 10696-75.

Линейка измерительная, металлическая с ценой деления 1 мм, ГОСТ 427-75.

Лупа измерительная, ГОСТ 25706-83.

Секундомер, кл-3, цена деления 0,2 сек., ГОСТ 50-2-79 Е.

Пробоотборники сорбционные типа "Карбон", ТУ 1910-012-32847229-97.

Манометр U- образный, ГОСТ 9933-75.

Трубка резиновая полувакуумная, тип 1, ГОСТ 5496-77.

Баня водяная, ТУ-46-22-606-75.

Пробирки с притертыми пробками, ГОСТ 1770-74.

Посуда лабораторная фарфоровая, ГОСТ 9147-73.

Колбы, 2-50-2, ГОСТ 1770-74Е.

Стаканчик для взвешивания (бюкс) на 20 см^3, ГОСТ 25336-74.

Ампулы для биологических исследований емкостью 1-5 см^3, ГОСТ19803-86.

Пенициллиновые пузырьки с пробками из силиконовой резины, ТУ 38-10554-76.

Пипетки, 2-1-5,4-2-1, 2-1-10, 2-1-20, ГОСТ 29227-91.

Цилиндр мерный В-50, ГОСТ 1770-74Б.

Стаканы НН-150, ГОСТ 25336-82.

Азот, ГОСТ 2293-74.

Воздух, ГОСТ 17433-80, класс 0.

Водород, ГОСТ 3022-80, сортность Б.

Твердый носитель Хромосорб W-AW, фракция 80-100 меш. (США).

Жидкая фаза Твин 60 (Германия).
Стекловолокно, ГОСТ 10727-74.
Хлороформ, х.ч., ТУ-09-06-800-76.
Ацетон, чистый для хроматографии, ТУ 6-09-1707-77.
Метанол, чистый для хроматографии, ТУ 6-09-1709-77.
Этанол, чистый для хроматографии, ТУ 6-09-1710-77.
Пропанол-1, чистый для хроматографии, ТУ 6-09-783-77.
Пропанол-2, чистый для хроматографии, ТУ 6-09-4522-77.
Бутанол-1, чистый для хроматографии, ТУ 6-09-1708-77.
Бутанол-2, чистый для хроматографии, ТУ 6-09-664-76.
Изобутанол, чистый для хроматографии, ТУ 6-09-4354-77.
Диметилформамид, ч., ТУ 20289-79.
Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-77.
Источники микропотоков газов и паров*:
Этанол № 06.04.051,
Метанол № 06.04.022,
Бутанол № 06.04.005.

* - По каталогу «Эталонные материалы» ВНИИМ им. Д.И. Менделеева МИ 2590 – 2000.

Допускается замена указанных средств измерений и реактивов на аналогичные, не уступающие им по метрологическим и техническим характеристикам.

3. Метод измерений

Определяемые компоненты концентрируют в пробоотборнике с волокнистым углеродистым сорбентом, десорбируют водным раствором диметилформамида (ДМФА) и анализируют полученный раствор на газовом хроматографе с пламенно- ионизационным детектором.

4. Техника безопасности

При выполнении измерений массовой концентрации алифатических спиртов (метанола, этанола, пропанола-1, пропанола-2, бутанола-1, бутанола-2, изобутанола) необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами в соответствии с ГОСТ 12.1.018-86 и с ГОСТ 12.1.007-76; требования электробезопасности при работе с электроустановками до 400 вольт по ГОСТ 12.1.019-79, "Правила устройства и безопасности эксплуатации сосудов, работающих под давлением", утвержденных Госгехнадзором СССР 27.11.87. При отборе проб все исполнители должны быть проинструктированы по технике безопасной работы на предприятии.

5. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускают лиц, имеющих высшее или среднее специальное химическое образование или опыт работы на газовом хроматографе и в химической лаборатории, прошедших соответствующий инструктаж, освоивших метод в процессе тренировки и уложившихся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности.

6. Условия измерений

При выполнении измерений в лаборатории согласно ГОСТ 15150-69 должны быть соблюдены следующие условия:

температура воздуха	20± 10^0C;
атмосферное давление	84,0-106,7 кПа (630-800 мм рт. ст.)

влажность воздуха не более 80% при температуре 25^{0}С;
напряжение в сети 220±10 В.

При выполнении измерений должны соблюдаться следующие условия хроматографического анализа.

Колонка заполнена насадкой Хромосорб W-AW с нанесенной жидкой фазой твин 60 (15% от массы твердого носителя).

Программирование температуры термостата колонок от 70 до 120^{0}С со скоростью 3 град/мин.

Температура испарителя и детектора, ^{0}С	150
Скорость газа-носителя, см^3/мин	10
Скорость водорода, см^3/мин	30
Скорость воздуха, см^3/мин	300
Скорость диаграммной ленты, см/мин	0,6
Объем вводимой пробы, мм^3	1
Отношение выходного сигнала хроматографа к шуму должно быть не менее	10:1
Время анализа, мин.	60
Времена удерживания определяемых компонентов, мин.:	
Метанол	6,0
Этанол	7,3
Пропанол-2	7,8
Пропанол-1	11,7
Бутанол-2	11,8
Изобутанол	14,0
Бутанол-1	17,0

Примечание. Допускается групповое смещение времен удерживания на ±20 %.

7. Подготовка к выполнению измерений

7.1. Приготовление насадки для хроматографической колонки.

Для приготовления насадки на аналитических весах взвешивают 5 г Хромосорба W-AW и 0,75 г жидкой фазы Твин 60 в стаканчиках на 20 см^3. Навеску жидкой фазы Твин 60 растворяют в хлороформе и количественно переносят в фарфоровую чашку так, чтобы общий объем растворителя составлял приблизительно 15 см^3. В раствор небольшими порциями при аккуратном перемешивании вносят навеску Хромосорба W-AW таким образом, чтобы раствор полностью смочил носитель и покрыл его тонким слоем. Затем фарфоровую чашку ставят на водяную баню и выпаривают хлороформ при тщательном перемешивании смеси до полного высыхания насадки, т.е. насадка должна быть сыпучей и без характерного запаха растворителя.

7.2. Подготовка хроматографа.

Подготовку хроматографа к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации прибора.

Хроматографическую колонку промывают с помощью водоструйного насоса последовательно водой, этиловым спиртом, ацетоном, высушивают в токе воздуха и заполняют насадкой. После заполнения колонки второй конец закрывают тампоном из стекловаты. Подготовленную колонку подключают к испарителю хроматографа и продувают газом-носителем (азотом) со скоростью 20 см^3/мин при температуре 120 ^{0}С в течение 8 часов. После охлаждения устанавливают скорость расхода газа-носителя 10 см^3/мин, подсоеди-

няют второй конец колонки к детектору и кондиционируют ее до стабилизации нулевой линии при температуре 120 ^{0}С и максимальной чувствительности прибора.

7.3. Градуировка хроматографа.

Градуировку хроматографа проводят методом абсолютной калибровки, используя серию градуировочных растворов, приготовленных из исходного раствора.

Для приготовления исходного раствора в мерную колбу на 50 см^3 с притертой пробкой вносят пипеткой 30% водный раствор ДМФА примерно на 2/3 объема. Колбу с содержимым взвешивают на аналитических весах, фиксируя массу M_1 (мг).

В растворитель аккуратно вносят пипеткой 0,4 см^3 определяемого вещества, взвешивают, фиксируя массу M_2 (мг), и доводят объем раствора до метки 30% водным раствором ДМФА.

Массовую концентрацию определяемого вещества в исходном растворе ($С_{исх}$, мг/см^3) находят по формуле:

$$C_{исх} = \frac{M_2 - M_1}{50} \quad (1)$$

Из приготовленного исходного раствора с концентрацией в диапазоне 5-7 мг/см^3 методом объемного разбавления готовят 4 градуировочных раствора. В 4 мерные колбы на 50 см^3 с притертыми пробками вносят пипеткой объемы исходного раствора в соответствии с таблицей 1 и доводят объемы исходного раствора 30% водным раствором ДМФА до метки. Значения массовой концентрации определяемого вещества в серии градуировочных растворов, вычисленные по выражению (2) должны находится в интервале от 0,03 мг/см^3 до 3,0 мг/см^3.

Таблица 1

Таблица приготовления градуировочных растворов

№ колбы	*1*	*2*	*3*	*4*
Объем исходного раствора ($V_{исх}$), см^3	0,3	3,0	10,0	20,0

$$C_{гр} = \frac{V_{исх} \cdot C_{исх}}{50} \quad (2)$$

Градуировочные растворы используют непосредственно после приготовления. Микрошприцем, промытым 8-10 раз градуировочным раствором, отбирают пробу объёмом 1 мм^3 и вводят ее в испаритель прибора. Отбор пробы следует проводить очень тщательно и следить, чтобы в ней отсутствовали пузырьки воздуха. Дозирование каждого градуировочного раствора повторяют 3 раза.

По хроматограмме определяют площадь пика определяемого вещества (S, мм^2) по формуле:

$$S = h\omega_{0,5} \quad (3)$$

где:

h- высота пика, мм,

$\omega_{0,5}$- ширина пика на 0,5 его высоты, мм.

Зависимость площади пика от концентрации вещества в растворе выражается уравнением:

$$S = KC \quad (4)$$

где:

S - площадь хроматографического пика, мм^2,

C - массовая концентрация определяемого вещества в градуировочном растворе или экстракте 30% водного раствора ДМФА, мг/см^3,

K - градуировочный коэффициент, мм^2 см^3/мг.

Вычисляют значение градуировочного коэффициента для каждого из градуировочных растворов по формуле:

$$K_i = \frac{\overline{S_i}}{C_i} \qquad (5)$$

где:

$$\overline{S_i} = \frac{1}{3}\sum_{j=1}^{3} S_j \qquad (6)$$

i - номер градуировочного раствора;

j - номер дозирования (определения площади) для i-го градуировочного раствора.

Если градуировочные коэффициенты изменяются монотонно, то проводят градуировку в соответствии с Приложением 1.

Вычисляют средневзвешенное значение градуировочного коэффициента по формуле:

$$K = \frac{m}{\sum_{i=1}^{m} \frac{1}{K_i}} \qquad (7)$$

где:

m -число градуировочных растворов.

Проверяют сходимость градуировочных коэффициентов согласно п. 11.2.

8. Отбор проб

Выбирают прямолинейный участок газохода, удаленный от мест возмущения газового потока. На выбранном месте приваривают штуцер с внутренним диаметром 35-50 мм, с навинчивающейся крышкой. На расстоянии 30 - 70 мм выше штуцера приваривают пруток диаметром 10 мм и длиной около 1 м для крепления оборудования. К месту отбора должен быть подведен источник электропитания.

Собирают установку для отбора проб в соответствии с рис.3, соединение частей схемы следует производить встык. Проверяют герметичность собранной установки. Для этого надо включить электроаспиратор, создать разрежение в установке, перекрывая вход. Если в течение 0.5 мин поплавок ротаметра достигает нулевой отметки, установка считается герметичной.

Отбор проб осуществляют в одноразовый пробоотборник со скоростью аспирации 0,2-0,3 дм^3/мин. Для отбора пробы один конец пробоотборника (3) подсоединяют резиновым шлангом к стеклянной, медной или фторопластовой трубке диаметром 4-6 мм (2), которую вводят в центр газохода (1). Другой конец пробоотборника подсоединяют к термометру (4), а далее к манометру (5), газовому счетчику(6) и аспиратору (7) и отбирают пробу объемом от 1 дм^3 до 20 дм^3 газа в зависимости от ожидаемой концентрации компонентов в газовых выбросах (таблица 2). При отборе проб объемом 1-2 дм^3 допускается использование цельностеклянного медицинского шприца емкостью 100 см^3.

В процессе отбора измеряются температура и давление (разрежение) газовой пробы у ротаметра.

После отбора проб газа пробоотборники помещают в пробирки с притертыми пробками и доставляют в лабораторию. Время хранения проб - до 7 дней.

Таблица 2

Зависимость объема отбираемой пробы от ожидаемых концентраций

Концентрация вещества в газовых выбросах, мг/м^3	*Объем отбираемой пробы газовых выбросов, дм^3*	*Объемный расход, дм^3 /мин*	*Время отбора, мин*
от 0,5 до 1,0	20	0,3	67
св. 1 до 10	10	0,3	33
св. 10 до 50	6	0,3	20
св. 50 до 500	2	0,2	10
св. 500 до 1000	1	0,2	5

9. Выполнение измерений

Для экстракции адсорбированных примесей сорбент из трубки переносят в ампулу с широким горлом на 1-5 см^3. Затем туда же добавляют 1 см^3 30% водного раствора ДМФА, который приготавливают предварительно, смешивая ДМФА с дистиллированной водой в соотношении 3:7. Ампулу закрывают пробкой из силиконовой резины, и легким встряхиванием добиваются полной смачиваемости сорбента, который при этом опускается и уплотняется на дне ампулы. Ампулу термостатируют при температуре 50^{0}С в течение 30 минут. После охлаждения ампулы до комнатной температуры микрошприцем отбирают 1 мм^3 экстракта и вводят в испаритель хроматографа. Ввод осуществляют 3 раза. При наполнении шприца необходимо добиться отсутствия пузырьков воздуха в пробе. Анализ проводят в соответствии с условиями п.6.

Образцы хроматограмм представлены на рис.1, 2.

При синхронном изменении указанных в п. 6 относительных времен удерживания веществ более чем на 20 % необходимо заменить колонку в соответствии с п.7.

10. Обработка результатов измерений

Для каждой пробы (экстракта) вычисляют среднее значение площади пика

$$\overline{S}_i = \frac{\sum_{j=1}^{n} S_{ij}}{n} \qquad (8)$$

где

i - номер пробы (экстракта);

j - номер дозирования (определения площади) для i-ой пробы;

n- число дозирований (n = 3).

Проверяют допустимость относительного размаха полученных значений площади пика в соответствии с п.11.1.

По уравнению (5) находят массовую концентрацию (С, мг/см^3) определяемого вещества в экстракте. Рассчитывают концентрацию (Х, мг/м^3) вещества в выбросах по формуле:

$$X = \frac{1000 \cdot C}{U_0} \qquad (9)$$

где

U_0- объем газа, отобранный для анализа и приведенный к нормальным условиям (температура 0^0С и давление 101,3 кПа), $дм^3$,

$$U_0 = \frac{V_t \cdot 273 \cdot (P + \Delta P)}{(273 + t) \cdot 101{,}3} \qquad (10)$$

где

V_t - объем пробы газовых выбросов, $дм^3$,

P - атмосферное давление, кПа,

t - температура газа в месте отбора пробы, град. С,

Δ P - разрежение в газоходе, кПа.

11. Контроль точности результатов измерений

11.1. Контроль сходимости выходных сигналов хроматографа.

Контролируемым параметром является относительный размах выходных сигналов хроматографа при вводах трех параллельных проб градуировочного раствора или экстракта. Контроль осуществляют при проведении градуировки, при периодическом контроле градуировочных коэффициентов, а также при выполнении измерений.

Результат контроля признаётся положительным при выполнении условия:

$$\frac{S_{max} - S_{min}}{\overline{S}} \cdot 100 \le 10 \qquad (11)$$

где

S_{max} - максимальная площадь хроматографического пика, $мм^2$;

S_{min} - минимальная площадь хроматографического пика, $мм^2$;

$\overline{S}$ - среднее арифметическое значение площадей пиков при вводе трех параллельных проб градуировочного раствора или экстракта.

11.2. Контроль сходимости градуировочных коэффициентов.

Контролируемым параметром является размах градуировочных коэффициентов относительно средневзвешенного значения. Качество градуировки считают удовлетворительным при выполнении условия:

$$\frac{K_{max} - K_{min}}{K} \cdot 100 \le 15 \qquad (12)$$

Контроль проводят каждый раз при построении градуировочной зависимости.

Если условие (12) не выполняется, то проводят переградуировку прибора (см. также Приложение 1).

11.3. Периодический контроль стабильности градуировочной характеристики.

Контроль проводят не реже одного раза в квартал, а также при смене колонки, промывке детектора и т.п. Частота контроля может быть увеличена при большой интенсивности работы прибора. Контроль проводят по растворам, приготовленным в соответствии с п.7.3. Используют два раствора, в которых массовые концентрации определяемых веществ находятся в начале и конце рабочего диапазона. Каждый раствор вводят в хроматограф три раза. Обработку результатов проводят в соответствии с п. 10.

Результаты контроля считают положительными при выполнении условия:

$$\frac{K_g - K}{K} \cdot 100 \le 15\ \% \qquad (13)$$

где

K - ранее установленное значение градуировочного коэффициента;

K_g - вычисляют по формуле $K_g = \frac{S_g}{C_g}$;

S_g - среднее значение площади пика определяемого вещества ($мм^2$) в используемом при контроле g-ом растворе с массовой концентрацией C_g ($мг/см^3$);

g=1,2.

При отрицательных результатах контроля необходимо провести градуировку прибора в соответствии с п. 7.3.

При построении градуировочной характеристики в соответствии с Приложением 1 контроль стабильности градуировочной характеристики проводят по Приложению 1.

11.4. Контроль сходимости и погрешности результатов измерений.

Контроль осуществляется на этапе освоения методики, либо по требованию организации, которая контролирует лабораторию, применяющую настоящую методику.

Контроль осуществляют путём анализа модельной смеси одного из определяемых компонентов (метанол, этанол или бутанол – см. п. 2) с воздухом (азотом), приготовленной на аттестованном в установленном порядке термодиффузионном генераторе, укомплектованном источником микропотока ИБЯЛ. 418319.013 ТУ-95. Концентрация определяемого вещества в смеси должна находиться в диапазоне измерения МВИ и устанавливаться с относительной погрешностью не более ± 8 %.. При контроле проводят отбор и анализ (при одинаковых условиях) двух параллельных проб. Измерение и обработка результатов проводятся в соответствии с п.п. 9, 10 методики. Результаты контроля считают положительными при выполнении условий:

$$\left|X_{izm1} - X_{izm2}\right| / 0{,}5(X_{izm1} + X_{izm2}) \times 100 < 20\ \%,$$

$$\frac{\left|X_{nom} - X_{izm}\right|}{X_{nom}} \cdot 100 \le 20\ \%$$

где X_{izm}, X_{nom}- соответственно измеренное и заданное значение массовой концентрации компонента.

12. Оформление результатов измерений.

12.1. Результат измерения представляют в форме:

$$(X \pm 0{,}23 \cdot X)\ мг/м^3\ (P = 0{,}95)$$

Значения X и 0,23·X округляют по следующим правилам:

- в диапазоне массовых концентраций от 0,50 до 10,00 $мг/м^3$ — до единиц второго десятичного разряда;

- в диапазоне массовых концентраций более 10,0 до 100,0 мг/м^3 — до единиц первого десятичного разряда;
- при массовых концентрациях более 100 мг/м^3 — до целых единиц.

12.2. В соответствии с ГОСТ 17.2.3.02-78 «Охрана природы. Атмосфера. Правила установления допустимых выбросов вредных веществ промышленными предприятиями» выбросы вредных веществ определяют за период 20 мин, к которому относятся максимальные разовые ПДК, а также в среднем за сутки, месяц и год (п.4.3).

Если время отбора пробы больше 20 мин, то полученный результат приводят к 20 – ти минутному интервалу, а если меньше 20 мин, то отбирают 2-3 пробы в период, равный 20 мин, через равные интервалы времени, анализируют их, и полученные значения массовой концентрации осредняют.

12.3. Осредненные значения массовых концентраций определяемых спиртов заносят в рабочий журнал.

Приложение 1.

Построение и контроль стабильности градуировочной характеристики, не проходящей через ноль.

1. При нарушении условий п. 11.2 градуировочная характеристика строится в виде:

$$S=a+b(C-\bar{c}),$$

где

$$\bar{c}=\frac{\sum_{i=1}^{m} c_i / \bar{S}_i^2}{\sum_{i=1}^{m} \bar{S}_i^{-2}}.$$

Оценки коэффициентов определяют по формулам:

$$a=\frac{\sum_{i=1}^{m} 1/\bar{S}_i}{\sum_{i=1}^{m} \bar{S}_i^{-2}},\ b=\frac{\sum_{i=1}^{m} (C_i-\bar{c})/\bar{S}_i}{\sum_{i=1}^{m} (C_i-\bar{c})^2 \times \bar{S}_i^{-2}}.$$

2. Градуировка признается правильной, если

$$\sqrt{\frac{1}{m-2}\sum (\bar{S}_i - a - b(C_i-\bar{c}))^2 / \bar{S}_i^2} \times 100 < 10\ \%.$$

В противном случае выполняют переградуировку в соответствии с п.7.3.

3. Результаты контроля стабильности градуировочной характеристики признаются положительными, если:

$$\left|\frac{\bar{S}_g - a - b(C_g-\bar{c})}{a+b(C_g-\bar{c})}\right| \times 100 < 10\ \%,$$

В противном случае проводят переградуировку в соответствии с п.1 Приложения 1.

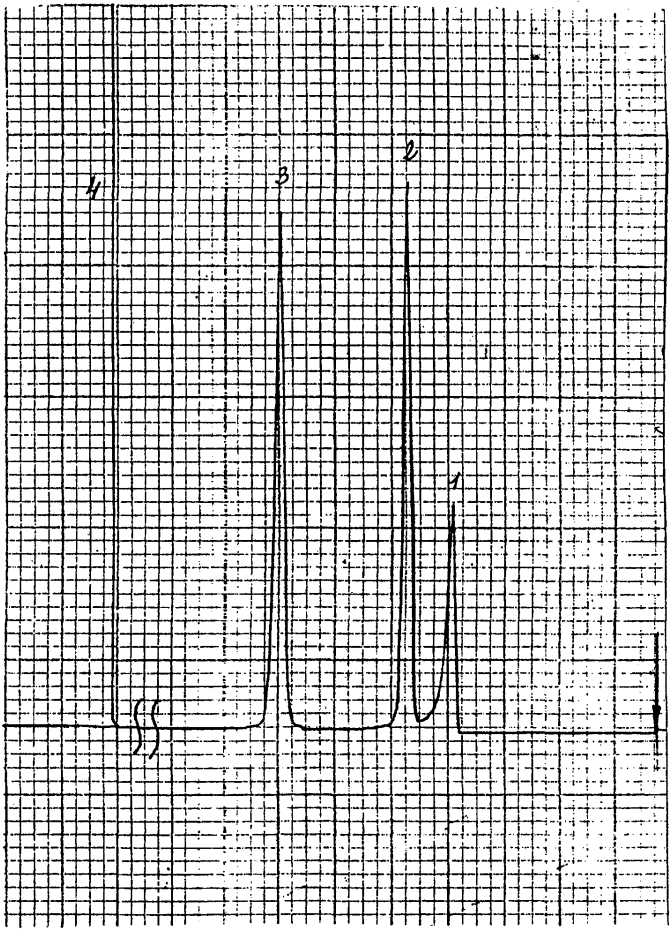

Рис.1. Хроматограмма градуировочной смеси спиртов в водном растворе ДМФА
1 – метанол, 2 – пропанол-2, 3 – бутанол-2, 4 – ДМФА



Рис.2. Хроматограмма градуировочной смеси спиртов в водном растворе ДМФА
1 –этанол, 2 – пропанол-1, 3 – изобутанол, 4 – бутанол-1, 5 – ДМФА

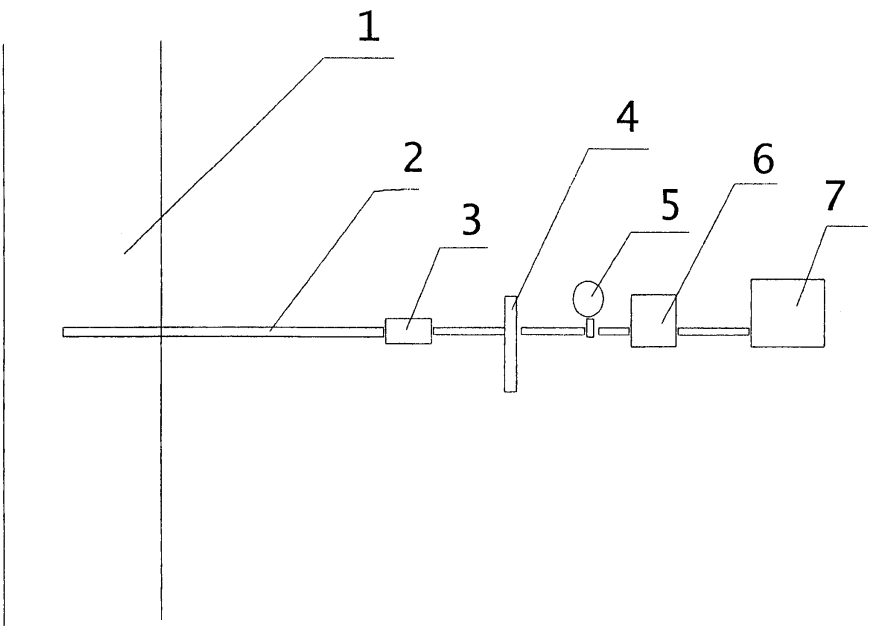

Рис. 3

1 - газоход; 2 - зонд; 3 - пробоотборник; 4 - термометр; 5 - манометр; 6 - счетчик газа; 7 - аспиратор

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

0136

СВИДЕТЕЛЬСТВО
CERTIFICATE
OF COMPLIANCE

№ _____

об аттестации МВИ

№ 2420/61 - 2000

Методика выполнения измерений массовой концентрации алифатических спиртов в промышленных выбросах, разработанная ООО «Центр экологических исследований» (194021,Санкт-Петербург, ул. Карбышева, д. 7) и регламентированная в документе МВИ-02-2000 «Методика газохроматографического измерения массовой концентрации алифатических спиртов (метанола, этанола, пропанола-1, пропанола-2, бутанола-1, бутанола-2, изобутанола) с использованием универсального одноразового пробоотборника» (СПб, 2000), 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 предъявленным к ней метрологическим требованиям и обладает основными метрологическими характеристиками, приведенными на оборотной стороне свидетельства.

Дата выдачи свидетельства 3 июля 2000 г.

Руководитель лаборатории Государственных эталонов в области аналитических измерений
тел. (812)-315-11-45 — Л.А.Конопелько

Метрологические характеристики МВИ:

Диапазон измерений массовой концентрации алифатических спиртов (метанола, этанола, пропанола-1, пропанола-2, бутанола-1, бутанола-2, изобутанола): от 0,5 до 1000 мг/м^3.

Границы относительной погрешности результата измерений (при доверительной вероятности 0,95): ± 23 %

Нормативы контроля точности результатов измерений:

Наименование операции	№ пункта в документе на МВИ	Контролируемая характеристика	Норматив контроля
Контроль сходимости выходных сигналов хроматографа	11.1.	размах значений приведенной площади хроматографического пика при вводе трёх параллельных проб градуировочного раствора или экстракта, отнесённый к среднему арифметическому (для P = 0,95)	10 %
Контроль сходимости градуировочных коэффициентов	11.2.	размах четырёх градуировочных коэффициентов, отнесённый к средневзвешенному значению (для P = 0,95)	15 %
Периодический контроль стабильности градуировочной характеристики	11.3.	относительное отклонение найденного при контроле значения градуировочного коэффициента от ранее установленного	± 15 %
Контроль сходимости и погрешности результатов измерений	11.4.	а) размах двух результатов измерений массовой концентрации компонента в контрольной газовой смеси, отнесённый к среднему арифметическому (для P = 0,95) б) модуль относительного отклонения результата измерений массовой концентрации компонента в контрольной газовой смеси от заданного значения (для P = 0,90)	20 % 20 %

Методика прошла с положительным результатом экспертизу в НИИ "АТМОСФЕРА" Минприроды РФ (Экспертное заключение №122/33 от 04.07.2000 г.)

Руководитель сектора, к.т.н. Г.Р.Нежиховский

gost.e-ecolog.ru