МУНИЦИПАЛЬНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
"РЕГИОНАЛЬНЫЙ ЦЕНТР экологического мониторинга"

Аккредитованная метрологическая служба
Аккредитованный аналитический отдел

МКХА РЦэм 01-05
(Взамен МКХА № 01-00)

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

ПРИРОДООХРАННЫЙ НОРМАТИВНЫЙ ДОКУМЕНТ
ПНД Ф 13.2:3.37-03

МЕТОДИКА

количественного химического анализа
атмосферного воздуха и воздуха рабочей зоны на содержание
винилхлорида
методом газовой хроматографии

г.Дзержинск
2005 г.

gost.e-ecolog.ru

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

МКХА АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА И ВОЗДУХА РАБОЧЕЙ ЗОНЫ НА СОДЕРЖАНИЕ ВИНИЛХЛОРИДА МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

УТВЕРЖДЕНА
Директором МП "РЦэм"
МП "РЦэм" В.А. Сабраскиным
_____ 2005 г.

ВВЕДЕНИЕ

Настоящий документ распространяется на методику количественного химического анализа (МКХА) винилхлорида (ВХ) в атмосферном воздухе и воздухе рабочей зоны и устанавливает порядок его определения методом газо-жидкостной хроматографии (ГЖХ).

Диапазон измерения концентраций винилхлорида:

- для атмосферного воздуха от 0,005 до 0,1 мг/м^3
- для воздуха рабочей зоны от 0,2 до 20,0 мг/м^3.

МКХА разработана в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96 и с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-2002.

Область использования МКХА: для лаборатории, контролирующей качество атмосферного воздуха и воздуха рабочей зоны.

1. ХАРАКТЕРИСТИКИ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ

Относительная расширенная неопределённость измерений[1] (при коэффициенте охвата 2) при реализации методики в одной лаборатории не превышает 25 % (отн).

2. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЯ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений и другие технические средства:

---

[1] *Численно равна границе относительной погрешности результата измерений при доверительной вероятности 0,95.*

2.1. Средства измерений

2.1.1.	Хроматограф газовый серии "Цвет-800" с детектором ионизации в пламени	-ТУ 4215-002-04681267-02
2.1.2.	Программно-аппаратный комплекс для автоматизации химического анализа "Полихром", изготовленный ТОО «ИнфоХром" г. Москва	- ТУ 25-7473.009-94
2.2.3.	Источники микропотока винилхлорида (изготовлены Рцэм г.Дзержинск)	- ТУ ИБЯЛ.41839.013
2.2.4.	Секундомер класса 3, цена деления секундной шкалы 0,2 с	- ГОСТ 5272-78Е
2.1.5.	Электрическое пробоотборное устройство ПУ-2Э	- ТО.ЕВКН4.471.005
2.1.6.	Термометр ТМ6-1 пределы измерения от -30 до 50 °С	- ГОСТ 112-78Е
2.1.7.	Барометр-анероид М-67	- ТУ 2504.1797-75Е

2.2. Вспомогательные устройства

2.2.1.	Колонки хроматографические:	
	- Колонка К1, изготовленная Рцэм г.Дзержинск	- ТУ ЭМ.142.015
	- Колонка К2, изготовленная Рцэм г.Дзержинск	- ТУ ЭМ.142.016
2.2.2.	Колонки накопительные, изготовленные из нержавеющей стали Х18Н10Т 100х4 мм	
2.2.3.	Кран переключающий шестиходовый	- 5Е4.460.151 ТУ
2.2.4.	Дроссель, П2Д.2М - 2 шт.	
2.2.5.	Устройство десорбирующее, изготовленное ОАО"Цвет" г.Дзержинск	- Приложение 1
2.2.6.	Шприц медицинский, стеклянный, вместимостью 100 $см^3$	- ТУ 641295-72
2.2.7.	Пробоотборник поршневой фторопластовый ППФ-250	- ТУ 26-05-235 Химкомбинат г. Кировочепецк
2.2.8.	Установка динамическая "Микрогаз"	- ТУ 5Е2.966.057

2.3 Реактивы и материалы

2.3.1.Уголь активированный АГ-3	- ГОСТ 20464-75
2.3.2. Азот газообразный	- ГОСТ 9293-74
2.3.3. Водород технический	- ГОСТ 3022-80
2.3.4. Воздух	- ГОСТ 17433-80

Примечание:

1.Все используемые средства измерений должны быть поверены в соответствии с ПР.50.2006.94 "ГСИ. Порядок проведения поверки средств измерений"

2.Разрешается применять средства измерения, устройства, материалы и реактивы с техническими и метрологическими характеристиками, не уступающими указанным выше, а также импортные реактивы по квалификации не ниже указанных в МКХА.

3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

Измерения содержания винилхлорида в атмосферном воздухе и воздухе рабочей зоны выполняют методом концентрирования ВХ на накопительной колонке, заполненной угольным сорбентом, термодесорбции ВХ с угля и дальнейшего разделения десорбированного ВХ в хроматографической системе, состоящей из двух колонок различной полярности с "вырезкой" фракции ВХ, выходящей из первой колонки, и дальнейшем ее разделении с последующим определением ВХ пламенно-ионизационным детектором.

Для градуировки и контроля точности измерений применяется рабочий эталон $1^{го}$ разряда - источник микропотока (ИМ) винилхлорида ИБЯЛ.418319.013.ТУ.

4.ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

CH_2 =CHCl **М = 62,5 г/моль**

Винилхлорид - бесцветный газ (сохраняется в баллонах).

$T_{кип.}$-13.8°С, $T_{пд}$-153.8°С, d^{15}=0.9730(жидк.), давление паров 3027 мм.рт.ст. (25.7°С).

Винилхлорид-наркотик, поражающий нервную и сердечно-сосудистую системы. Длительное воздействие вызывает у человека характерный ангиодистонический синдром.

Винилхлорид обладает канцерогенными свойствами, у работающих вызывает развитие ангиосаркомы печени, злокачественные новообразования мозга, лёгких.

ПДК (средне-суточная) ВХ атмосферного воздуха населенных мест 0,01 мг/м^3 (ГН2.6.695-98 "Предельно-допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест".

ПДК ВХ в воздухе рабочей зоны:

- максимально разовая =5,0 мг/м^3;
- средне суточная =1,0 мг/м^3 (ГН2.2.5.686-98 "Предельно-допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны")

При выполнении измерений винилхлорида в атмосферном воздухе и воздухе рабочей зоны соблюдают требования, изложенные в следующих нормативных документах:

- "Основные правила безопасной работы в химических лабораториях", изд ВНИИТБХП, 1979 г.;
- Требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79;

- Требования, изложенные в Руководстве по эксплуатации газового хроматографа по мерам безопасности.
- Помещение должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.
- Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005-88.
- Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-79.
- Все работы с ВХ должны проводиться в вытяжном шкафу при работающей вентиляции.

5.ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений допускают лиц, удовлетворяющих следующим требованиям:

- высшее или среднее специальное образование
- опыт работы в химической лаборатории
- знакомство с методом газовой хроматографии
- навыки практической работы с персональной ЭВМ.

Эти лица до начала самостоятельной работы должны изучить методику, освоить применяемую программу обработки хроматографической информации применительно к реальным хроматограммам.

Критерий подготовленности к самостоятельной работе: уложиться в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур раздела 10 " Контроль точности результатов измерений".

6.УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении анализа проб соблюдают следующие условия:

Температура рабочего помещения	от +10 до +35°С
Относительная влажность воздуха	от 30 до 80 %
Давление воздуха	от 84 до 106,7 кПа (630-800 мм.рт. ст)
Напряжение переменного тока	220^{+22}_{-33} В
Частота переменного тока	50 ± 1 Гц

7. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы:

- приготовление и активирование накопительных колонок;
- подготовка термодесорбера к работе;

- установление режима работы хроматографа;
- подготовка хроматографа к работе в режиме «вырезка»;
- градуировка хроматографа;
- отбор проб

7.1. Приготовление и активирование накопительных колонок

Сорбент для накопительных колонок - активированный уголь АГ-3 размельчают и просеивают на ситах. Используют фракцию 0,5-1,0 мм. Приготовленным углем заполняют накопительные колонки. Слой угля закрепляют с обоих концов колонки сеткой, затем стекловатой и фиксируют винтами. Накопительные колонки изготавливают из нержавеющей стали согласно рис.1 Приложения 1.

Активирование накопительных колонок проводят в термодесорбере, отсоединенном от хроматографических колонок.

Условия активирования: температура термодесорбера - 300°С, скорость газа-носителя - 30 $см^3$/мин. время активирования не менее 30 мин.

Активированные накопительные колонки закрывают с обоих концов заглушками. Активированными колонками считаются также колонки после десорбции ВХ при проведении очередного анализа. Повторное активирование колонок необходимо после 3-х суток хранения.

После проведения 100 анализов рекомендуется проводить замену сорбента накопительных колонок.

7.2. Подготовка термодесорбера к работе

Устройство для термодесорбции и ввода пробы с накопительной колонки является нестандартным изделием. Принципиальная схема и принцип действия термодесорбера приведены на рис. 1 Приложения 2.

7.2.1. Перед выполнением измерений термодесорбер необходимо прогреть до 300°С. Время прогрева составляет не более 15 минут.

7.2.2. Установить ручку крана термодесорбера в положение 1.

7.2.3. Задать температуру десорбции 300° С.

7.2.4. Включить тумблер "Нагрев" на термодесорбере.

7.2.5. Проконтролировать нагрев термодесорбера по текущему значению температуры на блоке управления.

7.3. Установление режима работы хроматографа

Проверяют герметичность соединений, устанавливают рабочий режим хроматографического анализа:

Температура термостата колонок	- 80° С
Температура десорбера	- 300°С
Температура испарителя I	- 100° С
Температура испарителя II	- 100°С
Температура переходной камеры ДИП	- 120°С
Температура крана-дозатора	- 80° С

Расход воздуха	- 330 $см^3$/мин
Расход газа-носителя I(азота)	- 30 $см^3$ /мин
Расход газа-носителя II(азота)	- 30 $см^3$/мин
Шкала измерения	- (8-256)10^{-11}А
Расход водорода	- 30 $см^3$/мин

7.4. Подготовка хроматографа к работе в режиме «вырезка»

7.4.1. Установление времени "вырезки" фракции ВХ

Перед выполнением измерений необходимо определить время "вырезки" фракции ВХ от сопутствующих компонентов, выходящих до и после ВХ на хроматографической колонке К1. Время "вырезки" ориентировочно определяют по времени выхода ВХ с хроматографической колонки К1. Колонку К1 подсоединяют к термодесорберу, другой конец колонки подсоединяют к детектору. Время начала t_1 и конца t_2 выхода пика ВХ на колонке К1 определяют с помощью секундомера. Затем колонки К1 и К2 соединяются через переключающий кран. Свободный конец колонки К2 подсоединяется к детектору и определяют время выхода начала и конца пика ВХ на системе колонок.

Время "вырезки" признается удовлетворительным, если площадь пика ВХ на системе колонок К1 и К2 (с вырезкой) в сравнении с площадью пика ВХ на колонке К1 (без вырезки) уменьшается не более, чем на 15%.

После проведения этих операций хроматограф готов для работы в режиме "вырезки" ВХ.

7.4.2. Реализация режима "вырезка"

Согласно схеме (рис.1 Приложения 2) в первоначальном положении газ-носитель 1 (гн-1), проходящий через десорбер, колонку К1, канал 1,4 переключающего крана, дроссель 2 сдувает все компоненты, выходящие впереди ВХ, на сброс, минуя детектор.

Газ-носитель 2 (гн-2) в это время проходит через дроссель 1, испаритель хроматографа, канал 3,2 переключающего крана, колонку К2 и детектор.

В момент времени t_1, равном времени выхода начала пика ВХ с колонки К1, кран 1 поворачивается в другое положение. В этом случае газ-носитель 1 выдувает ВХ через канал 1,2 переключающего крана на колонку 2. Газ-носитель 2 через дроссель 1, испаритель хроматографа, канал 3,4 переключаю-щего крана, через дроссель 2 идет на сброс.

В момент времени t_2, равном времени выхода заднего фронта пика ВХ с колонки К1, переключающий кран поворачивается в первоначальное положение.

На колонке К2 происходит разделение ВХ от сопутствующих компонентов, которые выходили вместе с ВХ на колонке К1. Пик ВХ регистрируется детектором.

За сигнал ВХ принимают площадь пика, измеренную в мВ*с.

7.5. Градуировка хроматографа

Измерение концентрации ВХ основано на измерении массы ВХ, содержащейся в накопительной колонке. Поэтому целью градуировки является определение массовой чувствительности измерительной системы.

Градуировочный коэффициент рассчитывают по формуле

$$K = \frac{S_{ср}}{g} \qquad (1)$$

где: $S_{ср}$ - среднее значение площади пика ВХ, измеренное в мВ*с;
g - масса ВХ, содержащегося в накопительной колонке, мкг.

Для получения аттестованных по массе накопительных колонок используется источник микропотоков (ИМ) ВХ. Принцип действия ИМ основан на диффузии вещества через полимерный материал (фторопласт). Скорость диффузии зависит от природы вещества, толщины стенок ампулы и температуры, не зависит от скорости потока газа, омывающего поверхность ампулы. При постоянной температуре термостата скорость диффузии постоянна.

ИМ аттестован по производительности G (массовому расходу ВХ) при заданной рабочей температуре, равной 35°С. Значение G заимствуется из Свидетельства на ИМ. Обычно величина G для ВХ близка к 1,0 мкг/мин.

ИМ помещают в термостат динамической установки "Микрогаз", и газовый поток от установки, содержащий ВХ, пропускают через накопительную колонку в течение заданного интервала времени t.

Масса ВХ (g) на накопительной колонке равна произведению массового расхода G на время продувания t

$$g = G * t \qquad (2)$$

Градуировочный коэффициент определяют ежедневно перед началом работы и пользуются им в течение текущего рабочего дня. Для этого на установке "Микрогаз" устанавливают расход азота 80-100 $см^3$/мин. Выходной штуцер установки "Градуировочная смесь" соединяют с накопительной колонкой с помощью переходника (трубка ПВХ) при включенном секундомере. Выдерживают накопительную колонку в вертикальном положении 20 сек., отмечая по секундомеру время выдержки.

Затем колонка анализируется по п.8.настящей МКХА.

По формуле (1) рассчитывают значение К.

Измерения проводят дважды в условиях повторяемости. За сигнал принимают площадь пика, измеренную в мВ*с. Максимальное относительное расхождение между измеренными значениями площадей пиков S_1 и S_2 рассчитанное по формуле

$$r_s = \frac{|S_1 - S_2|}{S_{ср}} = 2\frac{|S_1 - S_2|}{S_1 + S_2} \qquad (3)$$

не должно превышать 0,10.

Если максимальное относительное расхождение между высотами пиков превышает 0,10, выясняют причины и повторяют градуировку.

7.6. Отбор проб

7.6.1. Отбор проб атмосферного воздуха

Пробу воздуха отбирают в определенных местах населенных пунктов с помощью электрического пробоотборного устройства, прокачивая через накопительную колонку 10 л воздуха с объёмным расходом не более 1 л/мин. Направление анализируемого воздуха через накопительную колонку маркируется.

При отборе проб атмосферного воздуха фиксируется скорость и направление ветра, температура воздуха, атмосферное давление.

Время хранения отобранных проб не более 3 суток

7.6.2. Отбор проб воздуха рабочей зоны

Отбор проб должен проводиться в зоне дыхания при характерных производственных условиях согласно ОНД-90 "Руководство по контролю источников загрязнения атмосферы".

Разовый отбор.

Перед отбором пробы накопительную колонку соединяют с конусом шприца емкостью 100 см^3 переходником - трубкой ПВХ длиной не более 30 мм и диаметром, обеспечивающим герметичность соединения. Затем вытягивают поршень шприца до упора, обеспечивая таким образом протягивание пробы через накопительную колонку. Объем отбираемого воздуха 200 см^3.

Суточный отбор

Отбор проб воздуха для определения среднесуточных концентраций осуществляется в течении 24 часов дискретно через равные промежутки времени не менее 4 раз в сутки.

Отбор пробы на накопительную колонку проводят с использованием шприца емкостью 250 см^3 аналогично вышеописанному.

Объем отбираемого воздуха 1 дм^3.

8. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

Анализ проб по МКХА проводится на газовом хроматографе "Цвет-800" с термодесорбцией ВХ на накопительной колонке в двухколоночном варианте в режиме "вырезки" хроматографической полосы винилхлорида с хроматографической колонки К1 и введении этой полосы на хроматографическую колонку К2, где происходит отделение ВХ от оставшихся сопутствующих компонентов и регистрация пика ВХ пламенно-ионизационным детектором.

Ввод пробы с накопительной колонки после десорбции в хроматограф проводится поворотом крана-дозатора термодесорбера из положения 1 в положение 2. Ориентировочное время выполнения анализа вместе с охлаждением накопительной колонки 30 мин. Ориентировочное время удерживания ВХ - 460 с. Ориентировочное время "вырезки" 80-110 с с момента ввода пробы в газовую линию хроматографа.

При выполнении измерений содержания ВХ в воздухе выполняют следующие операции:

8.1. Контролируют выход и установку режима хроматографа по п.7.3. МКХА, контролируют готовность термодесорбера по температуре, Проводят "холостой" опыт с активированной накопительной колонкой. При отсутствии сигнала хроматографа на 460 с проводят анализ.

8.2. Сняв заглушки с накопительной колонки, вставляют ее в термодесорбер, учитывая маркировку трубок. Газ-носитель при анализе должен проходить через колонку в направлении, противоположном отбору проб воздуха. При положении крана-дозатора 1 колонку выдерживают в термодесорбере 2 минуты при температуре 300°С.

8.3. Затем поворачивают кран-дозатор в положение 2.

Газ-носитель переносит из накопительной колонки десорбированные компоненты на хроматографическую колонку.

8.4. Производится "вырезка" определяемого компонента с хроматографической колонки К1.

8.5. После выхода пика ВХ и регистрации его детектором кран на термодесорбере переводят в положение 1. В течение 5 минут накопительная колонка выдерживается при 300°С.

Обработка хроматограмм (измерение времени удерживания, высот и площадей пиков) производится системой обработки.

9. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

Концентрацию ВХ в анализируемом воздухе (С, мг/м^3) рассчитывают как частное от деления найденной массы ВХ (g) на объем отобранного воздуха ($V_{возд.}$), приведенный к нормальным условиям. Для различных диапазонов измерения концентраций ВХ отбирают различные объемы анализируемого воздуха.

$$C = \frac{g}{V_{\text{возд.}}} = \frac{S}{K * V_{\text{возд..}}} = \frac{S}{K * V_{\text{возд..}} * K(RT)} \qquad (4)$$

где: K- градуировочный коэффициент;

S - площадь пика ВХ в мВ*с;

$V_{возд.}$ - объем отобранного воздуха, л;

$K(RT)$ - коэффициент пересчета для приведения объема отобранного воздуха к нормальным условиям

Для атмосферного воздуха населенных мест:

$$K_{(RT)} = \frac{273{,}16 * P}{(273{,}16 + T) * 101{,}3} \qquad (5)$$

где: T - температура в момент отбора пробы, °С;

P - атмосферное давление, кПа.

Для воздуха рабочей зоны:

$$K_{(RT)} = \frac{(273{,}16 + 20) * P}{(273{,}16 + T) * 101{,}3} \qquad (6)$$

где: T - температура в момент отбора пробы, °С;

P – давление в момент отбора пробы, кПа.

10. КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Контроль приемлемости выходных сигналов хроматографа при последовательных вводах пробы

Контроль приемлемости выходных сигналов хроматографа при последовательных вводах пробы выполняется ежедневно при определении градуировочного коэффициента (п.7.5 МКХА). Максимальное относительное расхождение найденных значений площадей пиков рассчитанное по формуле (3) не должно превышать 0,10.

Если максимальное относительное расхождение между площадями пиков превышает 0,10, выясняют причины и повторяют градуировку.

10.2. Контроль промежуточной прецизионности сигналов хроматографа с различием по фактору «время»

Контроль промежуточной прецизионности сигналов хроматографа проводят по графику, устанавливаемому в зависимости от частоты измерений.

Выполняют градуировку по п. 7.5. настоящей МКХА в начале и в конце рабочей смены. Из четырёх измеренных значений $(S_1 - S_4)$ выбирают наибольшее значение S_{max} и наименьшее значение S_{min}.

Проверяют выполнение неравенства

$$4\,\frac{S_{\max} - S_{\min}}{S_1 + S_2 + S_3 + S_4} \le 0{,}14 \qquad (7)$$

При превышении установленного норматива проверяют правильность заданных параметров анализа, исправность хроматографа. Проводят тренировку элементов газовой линии хроматографа и детектора при максимально высокой допустимой температуре, как это рекомендовано техническим описанием и инструкцией по эксплуатации прибора.

10.3. Контроль точности результатов измерений

Контроль точности измерения массы винилхлорида выполняется путем сравнения измеренного значения массы ВХ, полученного при анализе сорбционной трубки, с аттестованным значением массы ВХ, нанесенного на трубку.

Две подготовленные к анализу сорбционные трубки в соответствии с п.7.5 поочередно помещают в термостат динамической установки "Микрогаз" и продувают потоком азота, содержащего ВХ, в течение 10 и 40 с, соответственно. По формуле (2) рассчитывают аттестованные значения массы ВХ $g_{1\text{атт.}}$ и $g_{2\text{ атт.}}$.

Анализируют поочередно эти две трубки, измеряя значения площадей пиков ВХ S_1 и S_2 . Используя действующее на текущий день значение коэффициента градуировочного коэффициента К, рассчитывают измеренные значения $g_{1\text{ изм.}}$ и $g_{2\text{ изм}}$ по формуле:

$$g_{\text{изм.}} = \frac{S}{K} \qquad (8)$$

Точность измерения массы ВХ в каждой контрольной точке рассчитывают из соотношения

$$\frac{\Delta g}{g} = \frac{\left|g_{\text{атт.}} - g_{\text{изм.}}\right|}{g_{\text{атт.}}} \qquad (9)$$

Наибольшее из двух полученных значений не должно превышать 0,18.

Контроль проводят один раз в две недели, а также после замены хроматографических колонок или длительного перерыва в работе. При превышении указанного норматива необходимо более тщательно провести градуировку по п.7.5 и повторить контрольную процедуру.

Результаты оформляют в рабочей документации исполнителя МКХА.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1.УТВЕРЖДЕНА И ВВЕДЕНА В ДЕЙСТВИЕ: "___"_____2005 г.
2.РАЗРАБОТЧИКИ:Брандцева Т.А., Дежин А.Ф., Лютова Т.М.,Степанова М.И.
3.ЗАРЕГИСТРИРОВАНА: В реестре МКХА РЦэм за N 01-05

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Наименование нормативно - технического документа	**Номер пункта МКХА**
ГОСТ Р 8.563-96	Введение
ГОСТ Р ИСО 5725-2002	Введение
ТУ 4215-002-04681267-02	п.2.1.1.
ТУ 25-7473.009-94	п.2.1.2.
ТУ ИБЯЛ.41839.013	п.2.1.3.
ГОСТ 5272-78Е	п.2.1.4.
ТО.ЕВКН4.471.005	п.2.1.5.
ГОСТ 112-78Е	п.2.1.6.
ТУ 2504.1797-75Е	п.2.1.7.
ТУ ЭМ.142.015	п.2.2.1
ТУ ЭМ.142.016	п.2.2.1
5Е4.460.151 ТУ	п.2.2.3.
ТУ 641295-72	п.2.2.6.
ТУ 26-05-235	п.2.2.7.
ТУ 5Е2.966.057	п.2.2.8.
ГОСТ 20464-75	п.2.3.1.
ГОСТ 9293-74	п.2.3.2.
ГОСТ 3022-80	п.2.3.3.
ГОСТ 17433-80	п.2.3.4.
ПР.50.2006.94	п.2. Примечание
ГН2.6.695-98	п.4.
ГН2.2.5.686-98	п.4.
ГОСТ 12.1.019-79	п.4.
ГОСТ 12.1.004-91	п.4.
ГОСТ 12.4.009-83	п.4.
ГОСТ 12.1.005-88	п.4.
ГОСТ 12.0.004-79	п.4.
ОНД-90	п.7.6.2.

Приложение 1

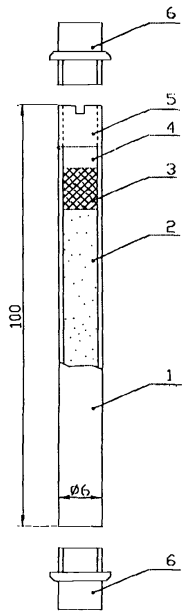

Рис.1
Колонка накопительная

1. Колонка
2. Сорбент
3. Стекловата
4. Сетка
5. Винт
6. Заглушка

Приложение 2

ТЕРМОДЕСОРБЕР

Устройство для десорбции и ввода пробы является нестандартным изделием и предназначено для использования в качестве дополнительного устройства к хроматографам серии "Цвет-500" и изготавливается ОАО"Цвет" г.Дзержинск.

Устройство предназначено для обеспечения проведения измерений органических микропримесей в воздухе.

Принципиальная газовая схема термодесорбера представлена на рис.1 к данному Приложению.

Коммутация газовых потоков устройства позволяет осуществлять:

- автономную герметизацию сменных накопительных колонок в газовой цепи устройства;

- включение накопительной колонки в последовательную газовую цепь с хроматографической колонкой хроматографа при переключении газового грана устройства в положение-II.

Диапазон термостатирования узла десорбции накопительных колонок от 50°С до 400°С ±2°С.

Диапазон термостатирования газового крана от 50°С до 150°С ±2°С.

Время прогрева узла десорбции не более 15 мин.

Электрическое питание осуществляется от хроматографа, на котором монтируется устройство.

Порядок установки.

Устройство устанавливается на боковой стенке хроматографа в следующей последовательности:

-Снять кожух с термостата крана и произвести монтаж газовых линий от испарителя и хроматографической колонки к восьмиходовому крану, согласно схемы (рис. 1)

- Подсоединить кабели, входящие в комплект хроматографа: кабель №1 к розетке №3, кабель №2 к розетке №11, согласно маркировки проводов.

На розетках №3 и №11 в разъемы ПР установить перемычки.

Проверить герметичность монтажа газовых линий системы.

Подготовка к работе и порядок работы

Установить режим работы хроматографа в соответствии с методикой. Ручка крана термодесорбера в положение 1. Задать на БУ-125 в позиции "Детектор" нужное значение температуры для накопительных колонок, в позиции "Кран-дозатор" - нужное значение температуры восьмиходового крана термодесорбера.

Включить тумблер "Нагрев" термодесорбера и проконтролировать разогрев узла десорбции до заданной температуры на БУ-125.

Установить накопительную колонку, предварительно обогащенную анализируемым веществом.

Переключить кран термодесорбера в положение 2. Получить хроматограмму определяемых компонентов.

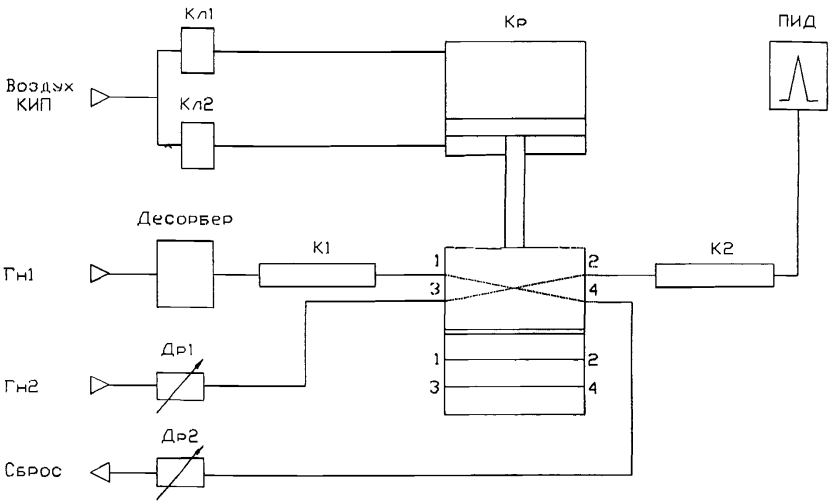

Рис.1
Схема «вырезки пика»

Гн1 иГн2 - газ-носитель 1 и 2
Кл1 и Кл2 - электропневмоклапана 1 и 2
Др1 и Др2 - дроссели 1 и 2
К1 и К2 - колонки хроматографические 1 и 2
Кр - кран плунжерный переключающий
ПИД – пламенно-ионизационный детектор

МП "Региональный Центр экологического мониторинга"
АККРЕДИТОВАННАЯ
МЕТРОЛОГИЧЕСКАЯ СЛУЖБА

Аттестат аккредитации № 01.00004-04 от 24 декабря 2004 г.

606025 г.Дзержинск
Нижегородской обл.
ул.Гайдара, 74

Тел.(8313) 34-50-38
34-53-68
Факс 34-01-93

E-mail: gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО
ОБ АТТЕСТАЦИИ
№ 01-2005 от 21.09.2005 г.

МЕТОДИКА
КОЛИЧЕСТВЕННОГО ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА И ВОЗДУХА РАБОЧЕЙ ЗОНЫ НА СОДЕРЖАНИЕ ВИНИЛХЛОРИДА МЕТОДОМ ГАЗОВОЙ ХРОМАТОГРАФИИ

Разработана Муниципальным предприятием "Региональный Центр экологического мониторинга" (г. Дзержинск Нижегородской обл.) в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96 и с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725-2002. Регламентирована в документе МКХА РЦэм 01-05.

Аттестация осуществлена в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96 на основании метрологической экспертизы материалов по разработке МКХА, а также по результатам теоретических и экспериментальных исследований, проведенных в РЦэм.

МКХА соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и допускается к применению в сфере Государственного метрологического контроля и надзора. Область использования МКХА: лаборатория, контролирующая качество воздуха.

Метрологические характеристики приведены на оборотной стороне свидетельства.

МП "РЦэм"

Директор МП "РЦэм" В.А. Савраскин
Главный метролог, к.х.н. Д.Б. Китаев

Метрологические характеристики МВИ.

Диапазон измерения массовой концентрации винилхлорида:
- для атмосферного воздуха от 0,005 до 0,1 мг/м^3
- для воздуха рабочей зоны от 0,2 до 20,0 мг/м^3.

Относительная расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата 2) при реализации методики в одной лаборатории не превышает 25 % (соответствует границе относительной погрешности результата измерений при доверительной вероятности 0,95).

Меры прецизионности сигналов хроматографа для данного метода измерений имеют следующие значения:
- относительная стандартная неопределенность повторяемости 0,034
- относительная стандартная неопределенность воспроизводимости 0,058

Нормативы контроля точности результатов измерений:

Наименование операции	№ пункта в документе на МВИ	Контролируемая характеристика	Норматив контроля
Контроль приемлемости выходных сигналов хроматографа при последовательных вводах пробы	10.1.	Модуль расхождения двух сигналов хроматографа (площадей пиков), отнесенный к их среднему значению	0,10
Контроль промежуточной прецизионности сигналов хроматографа с различием по фактору «время»	10.2.	Модуль разности максимального и минимального из четырех измеренных значений сигналов, отнесенный к их среднему арифметическому	0,14
Контроль точности результатов измерений	10.3.	Относительное отклонение результата измерения массы винилхлорида, нанесенного на сорбционную трубку, от аттестованного значения	0,18

Ведущий инженер _____ М.И. Степанова

gost.e-ecolog.ru

[1] *Рассчитано на основании относительной стандартной внутрилабораторной неопределенности в соответствии с РМГ 61-2003*