ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ПО ОХРАНЕ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Председателя
Государственного комитета РФ
по охране окружающей среды
А. А. Соловьянов
апреля 1998г.

КОЛИЧЕСТВЕННЫЙ ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА И ВЫБРОСОВ В АТМОСФЕРУ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ АЦЕТОНА, ЭТИЛАЦЕТАТА, ТОЛУОЛА, БУТИЛАЦЕТАТА, м-, п-КСИЛОЛА И о-КСИЛОЛА В ПРОБАХ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

ПНД Ф 13.3.18-98

Методика допущена для целей государственного экологического контроля.

МОСКВА
1998

gost.e-ecolog.ru

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1. Настоящий документ устанавливает порядок выполнения измерений концентраций ацетона, этилацетата, толуола, бутилацетата, о-ксилола, суммы м-, п-ксилола в атмосферном воздухе в диапазонах, указанных в табл. 1.

Таблица 1

NN пп	Наименование вещества	ПДК мг/м^3	Диапазон определяемых концентраций, мг/м^3	ρ, г/см^3
1	2	3	4	5
1.	Ацетон	0,35	0,175 - 1,75	0,792
2.	Этилацетат	0,1	0,05 - 0,5	0,901
3.	Толуол	0.6	0,3 - 3,0	0,867
4.	Бутилацетат	0,1	0,05 - 0,5	0,876
5.	м-Ксилол	0,2	0,1 - 1,0	0,864
6.	п-Ксилол	0,2	0,1 - 1,0	0,861
7.	о-Ксилол	0,2	0,1 - 1,0	0,881

1.2. Определению вышеуказанных компонентов не мешают бензол, бутанол, гексан, этилбензол.

1.3. Методика предназначена для контроля загрязнения атмосферного воздуха предприятиями, использующими технологию лакокрасочных покрытий. Кроме того, методика может быть использована для контроля загрязнения атмосферного воздуха транспортных магистралей.

2. ЗНАЧЕНИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ.

Относительная погрешность результата измерения концентрации ацетона, этилацетата, толуола, бутилацетата, м-, п-ксилола и о-ксилола при доверительной вероятности P = 0,95 составляет не более ±25%

3. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

3.1. Метод основан на газохроматографическом измерении определяемых веществ с помощью пламенно-ионизационного детектора и предусматривает:

- предварительное концентрирование пробы воздуха на сорбенте типа "Карбохром-С", помещенном в металлическую U-образную трубку (далее - концентрирующий патрон - КП, Рис. 1).

- термодесорбцию пробы в хроматографическую колонку СМГР-УІ-7А с VS-1 на которой происходит разделение компонентов (п. 4.1.).

Схема подсоединения КП применительно к газовому хроматографу серии "Цвет-500" представлена в Приложении 1.

3.2. Идентификация определяемых веществ в анализируемой пробе проводится на основании сравнения рассчитанных логарифмических индексов удерживания (индексов Ковача) определяемых компонентов со справочными индексами, приведенными в табл. 3

При наличии ЭВМ расчет проводится с помощью специальной программы.

3.3. Содержание определяемого вещества на концентрирующем патроне рассчитывается по предварительно полученным индивидуальным градуировочным зависимостям типа: площадь (высота) хроматографического пика - количество вещества.

Площадь (высота) пика определяется по показаниям системы обработки данных (САА, интегратора, ЭВМ). При хорошо разделенных симметричных острых пиках допускается измерение их высоты линейкой на хроматограмме, полученной на потенциометре. Концентрация определяемых веществ в воздухе рассчитывается по содержанию этого вещества на КП с учетом объема пропущенного через патрон воздуха.

4. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

4.1. Средства измерений.

- Хроматограф газовый лабораторный серии "Цвет-500" с ПИД (пламенно-ионизационным детектором), с системой автоматического анализа САА или интегратором, с обогатительным устройством УО-89 или аналогичным с температурой термодесорбции 300±15 ^{0}С 1.550-168-01-ТО
- Пробоотборник электрический ПУ-1ЭП (питание 220 В, 12 В) или аналогичный с расходом 5-6 дм^3/час ТУ ЕВ КИ4.471.002
- Редуктор типа А-30 ТУ 26-05-196-77
- Редуктор ДВП-1-65 ТУ 26-05-196-77
- Стандартизованный модуль газохроматографического разделения (алюминированная кварцевая капиллярная колонка (далее ККК) - ВИТОКАП-Al-0,2 длиной 25 м, внутренним диаметром 0,23 мм, заполненная НЖФ VS-1 (иммобилизированная SE-30, с df = 0,25 мкм)
- КП (металлическая U-образная трубка с графитированной сажей ТГ-10, модифицированной пироуглеродом)
- Термометр лабораторный ртутный (цена деления-0,1 ^{0}С) ГОСТ 215-73
- Барометр-анероид М-98 ТУ 25-04-1798-72
- Секундомер СоС Пр-2б-000 ГОСТ 5072-79
- Манометр образцовый кл.4; 2,5 кгс/см^3 ГОСТ 6521-72
- Шприцы типа "Рекорд" 1, 2, 50 см^3 ГОСТ 18137-77
- Микрошприцы МШ-1 (объем 1 мм^3) ГОСТ 8043-75
  МШ-10 (объем 10 мм^3) ГОСТ 8043-75
- Пипетки вместимостью 0,1 и 1,0 см^3 ГОСТ 29227-91

- Стеклянные калиброванные емкости вместимостью от 1000 до 2000 $см^3$ ГОСТ 1770-74Е
- Стандартные образцы с аттестованным содержанием компонентов с погрешностью не более 1% при P=0,95.
- ГСО 3311-85 состава ацетона
- ГСО 3313-85 состава этилацетата
- ГСО 2910-84 состава толуола
- ГСО 3312-85 состава бутилацетата
- ГСО 2911-84 состава п-ксилола
- ГСО 2913-84 состава о-ксилола
- Метан (или ПГС метан-воздух, метан-азот) ТУ 51-841

2. Реактивы.

- Гексан, ч ТУ 6-09-3375-78
- Гептан, ч ГОСТ 25828-83
- Октан, ч ТУ 6-09-3748-74
- Нонан, ч ТУ 6-09-3731-74
- Пентан, ч ТУ 6-09-3661-74

3. Вспомогательное оборудование и материалы.

- Азот газообразный особой чистоты МРТУ 6-02-375
- Воздух, класс 7 ГОСТ 17433-80
- Водород технический ГОСТ 3022-80
- Латр - 1М ТУ 16-517-216-69
- Сушильный шкаф типа СНОЛ-6 ГОСТ 13474..
- Термодиффузионный генератор типа "Микрогаз"
- Источник микропотока толуола ИБЯЛ 419319.013 ТУ-95

Примечание: 1. Указанные технические средства и материалы могут быть заменены другими с аналогичными техническими и метрологическими характеристиками. Стандартный модуль хроматографического разделения СМГР-У1-ЭА и концентрирующие патроны многократного использования поставляются предприятием НПФ "АналитИнвест", "ИНЛАН" и ВИТОХРОМ (г. Москва).

2. Программы для автоматического расчета индексов удерживания также поставляются ИНЛАНом.

5. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с реактивами по ГОСТ 12.4.021-75.

5.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019-79.

5.3. Организация обучения работающий безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-79.

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

5.5. К обслуживанию хроматографа допускаются лица, прошедшие производственное обучение, проверку знаний и инструктаж по безопасному обслуживанию хроматографа.

5.6. При установке, монтаже и эксплуатации хроматографа следует соблюдать "Правила устройства и безопасной работы сосудов, работающих под давлением", утвержденные Госгортехнадзором СССР 17.05.70г.

6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

К выполнению измерений могут быть допущены лица, имеющие высшее или средне-техническое образование, опыт работы в химической лаборатории и с газовым хроматографом. Оператор должен быть знаком с устройством хроматографа и операциями, проводимыми при выполнении измерений и обработке результатов. Оператор должен хорошо знать настоящую методику.

7. УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающей среды $(20 \pm 5)\ ^0C$;

относительная влажность от 30 до 80 %;

атмосферное давление (630-800) мм рт.ст. (84,0-106,0) кПа;

напряжение переменного тока (220 ± 10) В

частота переменного тока (50 ± 1) Гц.

8. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

8.1. Подготовка хроматографа

Подготовку хроматографа проводят в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

После подсоединения ККК к детектору, устанавливают расход газа-носителя через колонку при рабочей температуре. Проверяют герметичность соединений. Устанавливают необходимый режим работы хроматографа.

Стабильность расхода газа-носителя через ККК контролируют по показаниям образцового манометра (на входе в колонку). Давление на входе в колонку не должно изменяться от установленного более, чем на 0,1 атм. в течение рабочего дня.

8.2. Проверка чистоты КП

Проверке на чистоту подвергаются как новые, так и использованные КП.

Кран-дозатор ГО-89 (Приложение 1) устанавливается в нейтральное положение. КП присоединяется к панели переключения газов ППГ-106, помещается в печь (обогатительное устройство УО-89 или аналогичное), разогретую до 300±15 ^{0}С, выдерживается в течение 3 мин. После этого кран-дозатор переводится в положение "продувка". Одновременно включается система обработки данных (принтер или потенциометр). Если при этом дрейф нулевой линии не превышает 5 % (отсутствует фон), КП готов к работе. В противном случае операция стабилизации КП повторяется.

8.3. Градуировка хроматографа

При градуировке хроматографа используются КП с нанесенными на них в виде паровоздушной смеси (ПВС) измеряемыми веществами. Содержание этих веществ в ПВС - на уровне 0,5-5 ПДК (при отборе 1 дм^3 атмосферного воздуха).

Массы веществ, сорбируемых на КП при содержании их в воздухе на уровне 1 ПДК при отборе 1 дм^3 воздуха приведены табл. 2.

Таблица 2

NN пп	Определяемое вещество	Масса определяемого вещества, соответствующая 1 ПДК. мкг
1	2	3
1.	Ацетон	0.35
2.	Этилацетат	0,1
3.	Толуол	0,6
4.	Бутилацетат	0,1
5.	м-Ксилол	0,2
6.	0-Ксилол	0,2

8.3.1. Приготовление паровоздушной смеси

Паровоздушная смесь (ПВС) определяемых веществ готовится в калиброванной емкости объемом 1-2 дм^3. (Методика калибровки приведена в приложении 2).

Массу определяемого компонента, которую необходимо внести в калиброванную емкость, рассчитывают по формуле:

$$M_{в\text{-}ва} = K * m, \qquad (1)$$

где: $M_{в\text{-}ва}$ - масса определяемого вещества, вводимого в стеклянную емкость, мкг;

К - безразмерный коэффициент, численно равный объему калиброванной емкости, измеренному в $см^3$;

m - количество вещества, содержащегося в 1 $см^3$ ПВС, кратное значениям, приведенным в табл. 2, мг.

Объем определяемого вещества, вводимого в калиброванную емкость, рассчитывается по формуле:

$$V_{в\text{-}ва} = \frac{M_{в\text{-}ва}}{\rho}, \qquad (2)$$

где: $V_{в\text{-}ва}$ - объем вводимого в откалиброванную емкость вещества, $мм^3$;

$M_{в\text{-}ва}$ - масса вещества, вычисляемая по формуле (1), мг;

ρ - плотность вещества, $г/см^3$ ($мг/мм^3$).

Рассчитанный объем определяемого вещества вводят с помощью микрошприца типа МШ-1 через уплотнение в откалиброванную емкость, предварительно прогретую при t=60 ^{0}C.

Затем емкость помещают в сушильный шкаф и выдерживают в течение 15 минут. Таким образом достигается равномерное распределение концентрации вещества в емкости.

Отбор 1 $см^3$ паровоздушной смеси определяемого вещества и ввод его в хроматограф (в тройник на концентрационном устройстве ППГ) осуществляется шприцем типа "Рекорд".

ПВС используется в день приготовления.

8.3.2. Проведение градуировки

Для количественного определения вещества, сорбированного на КП, используют метод абсолютной градуировки. Шприцем отбирают 1 $см^3$ градуировочной ПВС и вводят пробу в течение 5 сек в тройник на блоке ППГ, расположенный перед КП, по току газа-носителя. При этом кран-дозатор находится в положении "продувка". Через 1 мин кран-дозатор переводят в нейтральное положение (закрыто). Затем соединение КП с газовой линией меняют на обратное и помещают его в электропечь, температура которой 300 ± 15 ^{0}C. Для поддержания этой температуры, переключатель электропечи ставят в положение 2 и затем к печи от латр 1М подводят напряжение 150-160 В. Через 3 мин кран-дозатор переключают в положение "продувка" и проводят анализ пробы.

Для градуировки хроматографа необходимо приготовить не менее пяти ПВС с содержанием всех измеряемых веществ одинаково кратных их ПДК (коэффициент кратности одинаков для всех компонентов - от 0,5 до 5). При построении градуировочного графика концентрации измеряемых веществ выбираются в диапазоне от 0,5 до 5 ПДК. Каждую ПВС необходимо хроматографировать шесть раз.

Для каждой точки градуировочного графика используется отдельный КП. Градуировочные графики представляют собой прямую линию и могут быть описаны уравнением регрессии:

$$y = ax + в,$$

где x - масса вещества в пробе, мг;

y - высота или площадь пика, мм, $мм^2$, условные единицы;

a, в - коэффициенты уравнения.

Условия выполнения измерений и градуировки на хроматографе должны быть одинаковы.

8.4. Определение индексов удерживания вещества

Для идентификации определяемых компонентов в анализируемой смеси на полученной хроматограмме необходимо вычислить логарифмические индексы удерживания (индексы Ковача) компонентов пробы по формуле:

$$Ii = 100\frac{\lg t'R_i - \lg t'R_z}{\lg t'Z_i+1 - \lg t'R_z} + 100Z, \qquad (3)$$

где $t'R_i$ - исправленное время удерживания компонента, т.е. время удерживания компонента минус время удерживания метана CH_4;

$t'R_z$ - исправленное время удерживания нормального парафина с числом атомов углерода Z;

$t'Z_i+1$ -исправленное время удерживания нормального парафина с числом атомов углерода Z+1.

Времена удерживания веществ определяют при проведении градуировки хроматографа. Времена удерживания н-парафинов определяют при анализе смеси н-парафинов. В стеклянной посуде объемом 1,0 $дм^3$ приготавливают смесь следующего состава:

метан - 0,1 $см^3$; пентан - 0,001 $см^3$;
гексан - 0,001 $см^3$; гептан - 0,001 $см^3$;
октан - 0,001 $см^3$; нонан - 0,001 $см^3$.

Из сосуда набирают 0,1 $см^3$ ПВС н-парафинов шприцем вместимостью 1 $см^3$,

Эта проба вводится в хроматограф и определяются времена удерживания н-парафинов. Процедура ввода в хроматограф аналогична п. 8.3.2.

Расчет времен удерживания проводят по среднему значению параллельных измерений.

Используя измеренные времена удерживания н-парафинов и определяемых компонентов, по формуле (3) вычисляют индексы удерживания определяемых веществ.

9. ОТБОР ПРОБ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА

Отбор пробы воздуха производят в соответствии с РД 52.04.186-89 пробоотборником типа ПУ-1Эп, питание которого осуществляется автомобильным или автономным аккумулятором (12 В) или от сети 220 В, 50±1 Гц (может быть применен аналогичный пробоотборник с расходом 5- 6 $дм^3$/час).

Объем пропущенного через КП воздуха - 0,5 $дм^3$ при выставленном расходе 5 $дм^3$/час.

Два КП, предварительно проверенные на отсутствие фона с их поверхности (п. 8.2.), присоединяется к побудителю расхода ПУ-1Эп.

После отбора пробы КП отсоединяют от пробоотборника, концы его заглушают фторопластовыми пробками, помещают в эксикатор и переносят к хроматографу. КП может сохраняться для дальнейшей обработки в течение 3-х суток.

10 . ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Получение хроматограммы анализируемой пробы.

КП с отобранной пробой присоединяют к панели переключения газов ПГ-106. Кран устанавливают в нейтральное положение. К КП подводят электропечь и в течение 3-х минут происходит десорбция паров сконцентрированных загрязнителей.

Кран-дозатор переводят в положение "продувка", одновременно включают потенциометр КСП-4 и систему обработки хроматографических параметров (САА-06-03, ЭВМ).

10.2. Режим работы хроматографа:

Температура крана панели переключения газов	- 120 ^{0}C
Время прогрева КП	- 3 мин.
Температура термостата колонок	- 70 ^{0}C.
Температура детектора (ДИП)	- 200 ^{0}C.
Давление на входе в колонку	- 0,65-0,75 атм.
Общий расход газа-носителя (азот)	- 45,0 $см^3$/ми.
Расход газа-носителя через ККК	- 0,6 $см^3$/мин
Расход газа-носителя на поддув детектора	- 30 $см^3$/мин
Расход водорода	- 30 $см^3$/мин
Расход воздуха	- 300 $см^3$/мин
Переключатель входного сигнала делителя	- 10^9 - 10^{10} Ом
Переключатель выходного сигнала	- 8, 16, 32, 64
Скорость диаграммной ленты	- 600 мм/час

10.3 Идентификация компонентов

Для идентификации определяемых компонентов в анализируемой пробе сравнивают индексы удерживания хроматографических пиков (из табл. 3) ($I_{таб.i}$) с индексами компонентов, полученных при анализе реальной смеси и рассчитанных по формуле (3) (I_i).

Если $I = | I_i - I_{таб\,i} | < 3$, то определяемое вещество считается идентифицированным как вещество с индексом I_i при условии, что значения степени разделения R для каждой пары соседних компонентов не менее 1,5 .

Степень разделения (R_S) для каждой пары соседних компонентов рассчитывают по формуле:

$$R_S = \frac{t_1 - t_2}{\mu_1 + \mu_2} \qquad (4)$$

где t_1 и t_2 - времена удерживания компонентов 1 и 2 по показаниям САА-06;

μ_1 и μ_2 - полуширина пиков 1 и 2 определяется по формулам:

$$\mu_1 = 0{,}939 \frac{S_1}{h_1} \qquad (5)$$

$$\mu_2 = 0{,}939 \frac{S_2}{h_2} \qquad (6)$$

где h_1, h_2 и S_1, S_2 - высоты и площади пиков компонентов 1 и 2 по показаниям САА-06.

Индексы удерживания $I_{таб.}$ контролируемых веществ при заданных условиях анализа указаны в табл. 3.

Таблица 3

Вещество	Индекс удерживания
Ацетон	504±3
Этилацетат	598±3
Бутилацетат	798±3
Толуол	788±3
м-, п-Ксилолы	860±3
о-Ксилол	881±3

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Количество вещества, сконцентрированного в поглотительном патроне (m_i) определяют по градуировочному графику, исходя из величины площади или высоты пика этого вещества (S_i , h_i) или по формуле:

$$m_i = \frac{y - b}{a}, \qquad (7)$$

где m_i - кол-во вещества, мг;

y - высота (площадь) пика определяемого в-ва, мм, $мм^2$, условные единицы ($y = h_i$, S_i);

a, в - коэффициенты уравнения регрессии, рассчитанные методом наименьших квадратов.

Концентрацию определяемого компонента в атмосферном воздухе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{m_i}{V_{н.у.}}, \qquad (8)$$

где X - концентрация определяемого компонента, $мг/м^3$;

m_i - количество вещества, мг;

$V_{н.у.}$ - объем исследуемого воздуха, пропущенный через КП, приведенный к нормальным условиям, $м^3$, рассчитанный по формуле:

$$V_{н.у.} = \frac{273 * P * V_{пр}}{(273 + t) * 101,3}, \qquad (9)$$

где P - барометрическое давление при отборе пробы, кПа;

t - температура воздуха при отборе пробы, ^0C;

Vt - объем отобранного воздуха при температуре отбора пробы, $м^3$.

За результат анализа принимается среднее значение двух параллельных определений, если различие между ними не превышает значения d=15%

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат количественного анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

результат анализа X ($мг/м^3$), характеристика погрешности

δ, %, P=0,95

или X $\pm\Delta$, $мг/м^3$, P=0,95, где

$$\Delta = \frac{\delta * X}{100}, \text{ мг/м}^3 \qquad (10)$$

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений X_1 и X_2 , если различие между ними не превышает значения d=15%.

$$\bar{X} = (X_1 + X_2)/2$$

Результат измерений должен оканчиваться тем же десятичным разрядом, что и погрешность. Результаты измерений оформляют записью в журнале.

13. ОПЕРАТИВНЫЙ КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ МЕТОДИКИ ИЗМЕРЕНИЙ

13.1. Периодический контроль стабильности градуировочной характеристики.

Контроль проводят не реже одного раза в квартал, а также при смене колонки, промывке детектора и т.д. (Частота контроля может быть увеличена при большой интенсивности работы прибора). При контроле используют ПВС с концентрацией компонентов на уровне 1 ПДК (см. табл. 2)

Результаты контроля считают положительными при выполнении условия:

$$\frac{a_g - a}{a} * 100 \leq 15\% , \qquad (11)$$

где a - ранее установленное значение концентрации компонента в ПВС, мг/м^3 ;

a_g - рассчитанная по результатам измерения концентрация образца, мг/м^3 .

При отрицательных результатах проводят повторную градуировку хроматографа.

13.2. Контроль воспроизводимости измерений

Образцами для контроля являются ПВС. ПВС одинаковой концентрации готовят в двух откалиброванных емкостях, используя разные микрошприцы для введения веществ в емкости. Концентрация ПВС должна соответствовать 2-3 ПДК по каждому компоненту.

Анализы проводят на двух разных КП. Получают два результата анализа X_1 и X_2. Результаты анализа не должны отличаться друг от друга на величину допускаемых расхождений D:

$$| X_1 - X_2 | < D, \qquad (12)$$

где X_1 - результат анализа ПВС из первой емкости;

X_2 - результат анализа ПВС из второй емкости;

D - допускаемые расхождения между результатами анализа одной и той же ПВС.

$$D = 0{,}125 \bar{X}, \qquad (13)$$

где $\bar{X}$ - среднее значение параллельных измерений.

При превышении норматива контроля эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива D выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их.

13.3. Контроль погрешности результатов измерений (при наличии "Микрогаза")

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

Контроль осуществляют путем анализа толуола, приготовленного в соответствии с инструкцией на аттестованном в установленном порядке термодиффузионном генераторе типа "Микрогаз", укомплектованном источниками микропотока толуола ИБЯЛ. 419319.013 ТУ-95. При контроле проводят отбор и анализ (при одинаковых условиях) двух параллельных проб. Накопление толуола в КП проводится через тройник, подсоединенный к термодиффузионному генератору.

Рекомендуемое содержание компонентов в модельной смеси - на уровне 2-3 ПДК в атмосферном воздухе.

Результаты контроля считают положительными при выполнении условия:

$$| \bar{X} - C_0 | \leq 0{,}25 \bar{X}, \quad \text{где} \qquad (14)$$

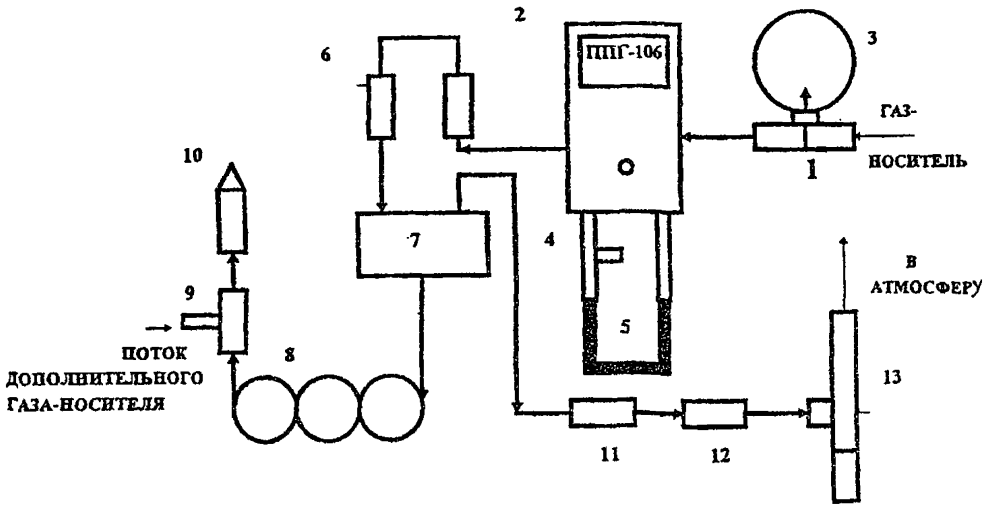
$\bar{X}$ - среднее значение результатов измерений;

C_0- аттестованное значение толуола, мг/м^3.

Приложение 1

Схема подсоединения концентрирующего патрона к газовому хроматографу серии "Цвет-500"

Газ-носитель (нулевой азот) поступает на панель подготовки газов (2) ППГ-106, перед которой установлен тройник (1), служащий для подключения образцового манометра (3), используемого для контроля давления газа-носителя. Газ-носитель, пройдя тройник (4) и КП (5), подсоединенные к штуцерам ППГ-106, поступает в переходник (6), смонтированный на верхней стенке термостата колонок. К переходнику подсоединен делитель потока (7), служащий для деления потока газа-носителя в заданном соотношении (1:50). С делителя потока часть газа-носителя поступает в ККК (8). На выходе ККК стоит тройник (9), служащий для подачи дополнительного газа-носителя со второй линии хроматографа в пламенно-ионизационный детектор (10). Большая часть газа-носителя, пройдя регулируемый дроссель (11), фильтр (12), мыльно-пенный измеритель расхода (13), сбрасывается в атмосферу.



Приложение 2

Методика калибровки бутыли для приготовления градуировочной паровоздушной смеси.

1. Для приготовления ПВС используется обычная бутыль из под растворителей с прокладкой из силиконовой или вакуумной резины.

Для исключения контакта ПВС с материалом резины дополнительно вставляют прокладку из фольги или тефлоновой пленки.

Перед калибровкой бутыль моют, заполняют дистиллированной водой до перелива, закрывают крышкой, которой будет закрыта бутыль при приготовлении паровоздушной смеси. Затем снимают крышку, переливают воду из бутыли в цилиндр, объем цилиндра - V_c (1000 $см^3$), остаток воды помещают в цилиндр вместимостью 100 $см^3$ и фиксируют объем $V_ц$.

Общий объем (V_i, $дм^3$) равен вместимости калибруемой бутыли.

$$V_i = V_c + V_ц$$

Измерение объема V_i проводится не менее 10 раз.

2. Рассчитывают средний результат измерений $\bar{V}$, $дм^3$

$\bar{V} = \sum V_i / n$, где n - число измерений.

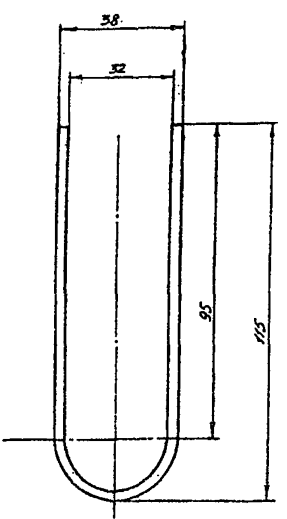


Рис. 1 Концентрирующий патрон

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 1
Телефон (812) 251 76 0
(812) 259 97 5
Телетайп 821 788
E-mail gost.e-ecolog.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО
CERTIFICATE
OF COMPLIANCE

№ _____

О ГОСУДАРСТВЕННОЙ МЕТРОЛОГИЧЕСКОЙ АТТЕСТАЦИИ

2420/ 35-97 от 19.12 1997 г.

Методика выполнения измерений массовых концентраций ацетона, этилацетата, толуола, бутилацетата, м, п- и о-ксилола в атмосферном воздухе, разработанная ЗАО НПФ "Аналитинвест" г. Москва и регламентированная в документе "Количественный химический анализ атмосферного воздуха и выбросов в атмосферу. Методика выполнения измерений массовых концентраций ацетона, этилацетата, толуола, бутилацетата, м-, п-ксилола и о-ксилола в пробах атмосферного воздуха газохроматографическим методом", аттестована в соответсвии 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.

Срок действия свидетельства 5 лет.

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

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ МВИ

Вещество	Диапазон измерений массовой концентрации веществ в воздухе, мг/м^3
Ацетон	0,175 - 1,75
Этилацетат	0,05 - 0,5
Толуол	0,3 - 3,0
Бутилацетат	0,05 - 0,5
м,п-Ксилол	0,1 - 1,0
о-Ксилол	0,1 - 1,0

Границы относительной погрешности ± 25 % (при доверительной вероятности 0,95).

Нормативы оперативного контроля точности результатов измерений

1. Контроль погрешности построения градуировочной характеристики (п.8.3 МВИ): $S_0 \leq 6$ %.
2. Контроль стабильности градуировочной характеристики (п.13.2 МВИ): r_c=15 %.
3. Контроль сходимости измерений (параллельных определений) (п.11 МВИ):
   d=15 %.
4. Контроль погрешности измерений (п.13.4 МВИ): допускаемое отклонение результата измерений от значения массовой концентрации толуола в модельной газовой смеси: 25 %.

Старший научный сотрудник Г.Р.Нежиховский

ГОССТАНДАРТ РОССИИ

Федеральное государственное
унитарное предприятие «Всероссийский
научно-исследовательский институт
метрологии им. Д.И.Менделеева»

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»

198005, Санкт-Петербург, Московский пр., 19
Тел. 251-76-01, факс 113-01-14
e-mail: Info@ vniim.ru. http:/www. vniim.ru.
ОКПО 02566450

14.02.2005г №14-2422/15-287

на №_____от_____

Генеральному директору
ЗАО НПФ «Аналитинвест»

На основании положительных результатов эксплуатации методик ЗАО НПФ «Аналитинвест» и результатов внутрилабораторного контроля по различным экологическим объектам, действие свидетельств о метрологической аттестации методик выполнения измерений:

- №2425/51-98 массовых концентраций NO, NO_2, HNO_3, SO_2, SO_3, H_2SO_4, HF, H_3PO_4, NH_3 в промышленных выбросах, атмосферном воздухе и воздухе рабочей зоны методом ионной хроматографии (ПНДФ 13.1:2:3.19-98);
- №2420/67-98 массовой концентрации анионов NO_2^-, NO_3^-, Cl^-, F^-, SO_4^{-2} в питьевой, природной и сточной воде методом ионной хроматографии (ПНДФ 14.1:2:4.132-98);
- №2420/31-97 массовых концентраций кислоторастворимых, водорастворимых и подвижных форм металлов (Hg, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Pb, Zn) в пробах почв с предварительным концентрированием на преобразователях ИП-ТМ-Д рентгенофлуоресцентным методом на комплексе ИНЛАН-РФ (ПНДФ 16.1.9-98);
- №2420/32-97–ИНЛАН-РФ-МВИ-01-97–массовых концентраций ионов тяжелых металлов в питьевой, природной, поверхностной и очищенной сточной воде (ПНДФ14.1:2:4.133-98);
- №2420/53-98 массовых концентраций катионов натрия, калия, кальция, бария и аммония в пробах питьевой, природной и сточной воде методом ионной хроматографии (ПНДФ 14.1:2:4.131-98;
- №2420/35-98 массовой концентрации ацетона, этилацетата, толуола, бутилацетата, м-,п-ксилола и о-ксилола в пробах атмосферного воздуха газохроматографическим методом (ПНДФ 13.3.18-98);
- №2420/48-97 массовых концентраций анионов йода, брома и роданида в питьевой, природной и сточной воде методом ионной хроматографии (ПНДФ14.1:2:4.148-99);
- №2420/47-98 массовых концентраций анионов NO_2^-, NO_3^-, Cl^-, F^-, SO_4^{-2}, PO_4 в пробах почв (в водорастворимой форме) методом ионной хроматографии (ПНДФ 16.1.8-98);

продлеваются до 14.02.2007 г.

За данный период прошу Вас разработать новую редакцию методик в соответсвии с обязательным *приложением №2 к ГОСТ 8.5634* и представить их для государственной метрологической экспертизы.

Зам. Директора Александров В.С.

gost.e-ecolog.ru