ЗАО НПФ «АналитИнвест»

Утверждаю
Президент
ЗАО НПФ «АналитИнвест»
Попов А.А.
«09» _____2007

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

№ М-104

(взамен ПНДФ 13.3.18-98)

(свидетельство об аттестации № 242/124-07)

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, содержащиеся в атмосферном воздухе.

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. ХАРАКТЕРИСТИКИ ПОГРЕШНОСТИ ИЗМЕРЕНИЙ.

Расширенная неопределенность измерений (при коэффициенте охвата k=2): $\mathbf{U_i}$=0,25·$\mathbf{X_i}$, мг/м^3, где $\mathbf{X_i}$- массовая концентрация i-ого вещества мг/м^3.

Примечание – Указанная неопределенность соответствует границам относительной погрешности ±25% при доверительной вероятности P = 0,95.

3. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА, РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

3.1. Средства измерений.

Хроматограф газовый лабораторный серии «Цвет-500» с ПИД (пламенно-ионизационным детектором), с обогатительным устройством УО-89	1.550-168-01-ТО
Персональный компьютер	
Принтер	
Кварцевая капиллярная колонка длиной 25 м, внутренним	

диаметром 0,23 мм, заполненная НЖФ SE-30, с толщиной пленки 0,25 мкм	
Концентрирующий патрон (металлическая U-образная трубка с сорбентом типа «Карбохром-С» - графитированной сажей ТГ-10, модифицированной пироуглеродом)	
Пробоотборное устройство ПУ-1ЭП (питание 220 В, 12 В)	ЕВКН 4.471.002 ТУ
Термометр лабораторный шкальный 0…+50°С (цена деления-0,1 °С)	ГОСТ 29224-91
Барометр-анероид М-98	ТУ 25-04-1798-72
Манометр образцовый 2,5 кгс/см^3; кл. точности 0,4	ГОСТ 2405-88
Шприцы типа "Рекорд" 1, 2, 50 см^3	ГОСТ 18137-77
Микрошприцы МШ-1 (объем 1 мм^3)	ГОСТ 8043-75
Микрошприцы 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	
Цилиндры стеклянные измерительные 1-100, 1-1000 с носиком	ГОСТ 1770-74
Стандартные образцы с аттестованным содержанием компонентов с погрешностью не более 1% при Р=0,95.	
состава ацетона	ГСО 3311-85
состава этилацетата	ГСО 3313-85
состава толуола	ГСО 2910-84
состава бутилацетата	ГСО 3312-85
состава п-ксилола	ГСО 2911-84
состава о-ксилола	ГСО 2913-84

3.2. Вспомогательные устройства и материалы.

Азот газообразный особой чистоты, сорт 1 (99,999%)	ГОСТ 9293-74
Воздух сжатый, 7 класс загрязненности	ГОСТ 17433-80
Водород технический сжатый, марка А (99,99%)	ГОСТ 3022-80
Сушильный шкаф типа СНОЛ-6	ГОСТ 13474
Термодиффузионный генератор типа "Микрогаз"	ТУ 2.966.057
Источник микропотока толуола	ТУ ИБЯЛ.418319.013-95
Редуктор типа А-30	ТУ 26-05-196-77
Редуктор ДВП-1 -65	ТУ 26-05-196-77

Примечания:

1. Все средства измерений должны быть поверены в соответствии с нормативно-техническими документами по поверке и иметь не просроченную дату поверки.

2. Допускается применение средств измерений и оборудования с аналогичными или лучшими техническими и метрологическими характеристиками.
3. Концентрирующие патроны многократного использования и стеклянные калибровочные емкости поставляются предприятием НПФ "АналитИнвест", "ИНЛАН".
4. Для управления хроматографом и обработки хроматограмм может быть использовано программно-математическое обеспечение, поставляемое предприятием-изготовителем хроматографа.

4. МЕТОД ИЗМЕРЕНИЙ

4.1. 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).
- термодесорбцию пробы в хроматографическую колонку, на которой происходит разделение компонентов.

Схема подсоединения КП применительно к газовому хроматографу типа "Цвет-500" представлена на рис. 1 в Приложении 1.
4.2. Идентификация определяемых веществ в анализируемой пробе проводится по временам удерживания.
4.3. Содержание определяемого вещества на концентрирующем патроне рассчитывается по предварительно полученным индивидуальным градуировочным зависимостям типа: высота хроматографического пика - количество вещества. Концентрация определяемого вещества в воздухе рассчитывается по содержанию этого вещества на КП с учетом объема пропущенного через патрон воздуха.

5. ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ

5.1 При выполнении измерений концентрации ацетона, этилацетата, толуола, бутилацетата, м-, п- и о-ксилола соблюдают следущие правила:
5.1.1. Правила техники безопасности обращения с химическими реактивами ГОСТ 12.1.007-76 и электробезопасности при работе с электроустановками ГОСТ 12.1.019-79
5.1.2. Организация обучения работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004-90.
5.2. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009-83.
5.3. К обслуживанию хроматографа допускаются лица, прошедшие производственное обучение, проверку знаний и инструктаж по безопасному обслуживанию хроматографа.
5.4. При установке, монтаже и эксплуатации хроматографа следует соблюдать "Правила устройства и безопасной работы сосудов, работающих под давлением", ПБ 10-115-96, утвержденные Госгортехнадзором России 17.06.2003г.

6. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ОПЕРАТОРА

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

7. УСЛОВИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды (20 ± 5)°С;
- относительная влажность от 30 до 80 % при 25°С;
- 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. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ АТМОСФЕРНОГО ВОЗДУХА

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

Объем пропущенного через КП воздуха 1 дм^3 при выставленном расходе 5 дм^3/час в течении 12 минут.

КП, предварительно очищенный в случае необходимости (п. 9.2.), присоединяется к пробоотборному устройству ПУ-1 Эп для отбора пробы воздуха.

После отбора пробы КП отсоединяют от пробоотборного устройства, концы его заглушают фторопластовыми пробками, помещают в эксикатор и переносят к хроматографу.

Для дублирования одной точки отбора, отбор производить на два КП.

КП может сохраняться для дальнейшей обработки в течение 3-х суток.

9. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

9.1. Подготовка хроматографа

Установку и включение хроматографа и компьютера проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

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

Стабильность расхода газа-носителя через колонку 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.

9.2. Проверка чистоты КП

Проверке на чистоту подвергаются как новые, так и использованные КП. Кран-дозатор обогатительного устройства (термодесорбера) УО-89 (Рис.1 Приложение 1) устанавливается в нейтральное положение. КП присоединяется к панели переключения газов ППГ-106 и помещается в печь обогатительного устройства УО-89, разогретую до 320±15°С, где выдерживается в течение 3 мин. После этого кран-дозатор переводится в положение "продувка". Если при этом дрейф нулевой линии не превышает 5 % (отсутствует фон), КП готов к работе. В противном случае операция стабилизации (очистки) КП повторяется.

9.3. Градуировка хроматографа

При градуировке хроматографа используются КП с адсорбированными на них с помощью 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, 3 и 5 ПДК при отборе 1 дм^3 воздуха приведены табл. 2.

Таблица 2

NN пп	Определяемое вещество	Масса определяемого вещества, соответствующая		
		1 ПДК, мкг	3 ПДК, мкг	5 ПДК, мкг
1	2	3	4	5
1.	Ацетон	0,35	1,05	1,75
2.	Этилацетат	0,1	0,3	0,5
3.	Толуол	0,6	1,8	3,0
4.	Бутилацетат	0,1	0,3	0,5
5.	м-Ксилол	0,2	0,6	1,0
6.	о-Ксилол	0,2	0,6	1,0

9.3.1. 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, мг;
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 в сушильном шкафу при t=60 °С.

Затем емкость опять помещают в сушильный шкаф и выдерживают в течение 15 минут. При этом достигается равномерное распределение вещества в объеме.

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.

9.3.2. 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, в токе газа-носителя. При этом кран-дозатор находится в положении "продувка". Через 1 мин кран-дозатор переводят в нейтральное положение. Затем соединение КП с газовой линией меняют на обратное и помещают его в электропечь УО-89, температура которой 320 ± 15°С (положение регулятора печи 2). Через 3 мин кран-дозатор переключают в положение "продувка" и проводят анализ пробы.

Для градуировки хроматографа необходимо приготовить не менее трёх образцов ПВС с содержанием всех измеряемых веществ одинаково кратных их ПДК (коэффициент кратности одинаков для всех компонентов и составляет от 0,5 до 5).

Каждый образец ПВС необходимо хроматографировать два раза.

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 (площадь) пика, мм ($мм^2$);

a, в - коэффициенты уравнения.

Условия выполнения измерений и градуировки на хроматографе должны быть одинаковы.

На хроматограмме j-ПВС для каждого i-вещества фиксируют высоту пика (h_{ij}) и время удерживания (t_{ij}).

9.3.3. Результаты двух параллельных хроматографических измерений для одной j – ПВС и i - вещества признают приемлемыми при выполнении условия:

$$\frac{|h_{ij1} - h_{ij2}|}{h_{ij}} \leq r_{ij}, \quad (3)$$

где h_{ij1} , h_{ij2} высота пика i-вещества при 1–ом и 2-ом вводе j - градуировочной ПВС;

h_{ij} - среднее арифметическое значение высоты пика, вычисляемое по формуле:

$$h_{ij} = (h_{ij1} + h_{ij2}) / 2, \quad (4)$$

r_{ij} – норматив (для P=0,95), равный 0,06.

Если условие (3) выполняется, то за результат измерения принимают среднее арифметическое h_{ij}.

Для каждого i - вещества j – градуировочной ПВС по формуле (5), используя программное обеспечение хроматографа рассчитывают градуировочный коэффициент (К):

$$K_{ij}=h_{ij}/C_{ij}, \quad (5)$$

где C_{ij} – массовая концентрация i-вещества в j- градуировочной ПВС мкг/дм^3.

Рассчитывают среднее арифметическое значение градуировочного коэффициента для каждого i-вещества K^*_i.

Время удерживания i-вещества t_i рассчитывается как среднее арифметическое всех времён t_{ij} полученных при градуировке хроматографа.

Градуировочная характеристика признается приемлемой и линейной при выполнении условия:

$$(K^{max}_{ij} - K^{min}_{ij})/ K^*_i \leq 0,15 \quad (6)$$

Вводят наименования анализируемых веществ, градуировочные коэффициенты K^*_i и их времена удерживания t_i в программное обеспечение хроматографа согласно процедуре, описанной в документации на программное обеспечение. Хроматограф готов к проведению измерений.

Если условие (6) не выполняется, проводят контроль точности измерений по образцу контрольной ПВС, в соответствии с п. 13.1, если условие (6) выполняется, то в программное обеспечение согласно процедуре, описанной в документации на программное обеспечение вводятся коэффициенты K_{ij}. Если условие не выполняется, то находят причину и устраняют ее, процедуру градуировки по пяти градуировочным ПВС повторяют.

10. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

10.1. Получение хроматограммы анализируемой пробы.

КП с отобранной пробой присоединяют к панели переключения газов ППГ-106. Кран устанавливают в нейтральное положение. К КП подводят электропечь УО-89, и в течение 3-х минут происходит десорбция паров сконцентрированных загрязнителей.

Кран-дозатор переводят в положение "продувка".

10.2. Рекомендуемый режим работы хроматографа:

Температура крана панели переключения газов - 100°С

Время прогрева КП - 3 мин.

Температура электропечи УО-89 (положение 2) - 320°С
Температура термостата колонок - 70°С.
Температура детектора (ДИП) - 200°С.
Давление на входе в колонку - 0,85-0,95 атм.
Общий расход газа-носителя (азот) - 45,0 $см^3$/мин
Расход газа-носителя через колонку - 0,8 $см^3$/мин
Расход газа-носителя на поддув детектора - 30 $см^3$/мин
Расход водорода - 30 $см^3$/мин
Расход воздуха - 300 $см^3$/мин

10.3. Идентификация компонентов.

Идентификация определяемых веществ в анализируемой пробе проводится по временам удерживания. Времена удерживания контролируемых веществ определяются при градуировке хроматографа. Ориентировочные времена удерживания при заданных условиях анализа указаны в табл.3.

Таблица 3

Вещество	Время удерживания, с
Ацетон	118±5
Этилацетат	137±5
Толуол	204±5
Бутилацетат	241±5
м-, п- Ксилолы	316±5
о –Ксилол	351±5

11. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

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

$$m_i = \frac{y - в}{a}, \qquad (11)$$

где: m_i - масса вещества, мг;
у - высота пика определяемого вещества, мм;
а, в - коэффициенты уравнения регрессии, рассчитанные методом наименьших квадратов.

Концентрацию определяемого компонента в атмосферном воздухе рассчитывают по формуле:

$$X_i = \frac{m_i}{V_{н.у.}}, \qquad (12)$$

где X_i - 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:

$$V_{н.у.} = \frac{273 * P * Vt}{(273 + t) * 101,3}, \qquad (13)$$

где: P - барометрическое давление при отборе пробы, кПа;

t - температура воздуха при отборе пробы, °С;

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

12. ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Результат измерений представляют в виде: результат анализа X (мг/м^3), характеристика погрешности δ, %, P=0,95 или X ± Δ, мг/м^3, P=0,95, где

$$\Delta = \frac{\delta * X}{100}, \qquad (14)$$

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 границы абсолютной погрешности.

13. КОНТРОЛЬ ПОГРЕШНОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

13.1. 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:

$$\frac{K_i^к - K_i^{гр}}{K_i^{гр}} * 100 \le 15\%, \qquad (15)$$

где $K_i^{гр}$ – градуировочный коэффициэнт, определенный в n-ой градуировочной точке при градуировке, мкг/мv·с;

$K_i^к$ – градуировочный коэффициэнт, определенный в n-ой градуировочной точке при контроле, мкг/мv·с;

При получении неудовлетворительного результата контроль повторяют. При повторном неудовлетворительном результате контроля градуировку проводят заново.

13.2. Контроль погрешности результатов измерений

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

Контроль осуществляют путем анализа модельной смеси толуола, приготовленной в соответствии с инструкцией на аттестованном в установленном порядке термодиффузионном генераторе типа "Микрогаз", укомплектованном источниками микропотока толуола. 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:

$$|\bar{X} - C_o| \leq 0{,}25\ \bar{X}, \qquad (16)$$

где: X - среднее значение результатов измерений;

C_o - 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 кварцевую капиллярную колонку (8). На выходе колонки 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.

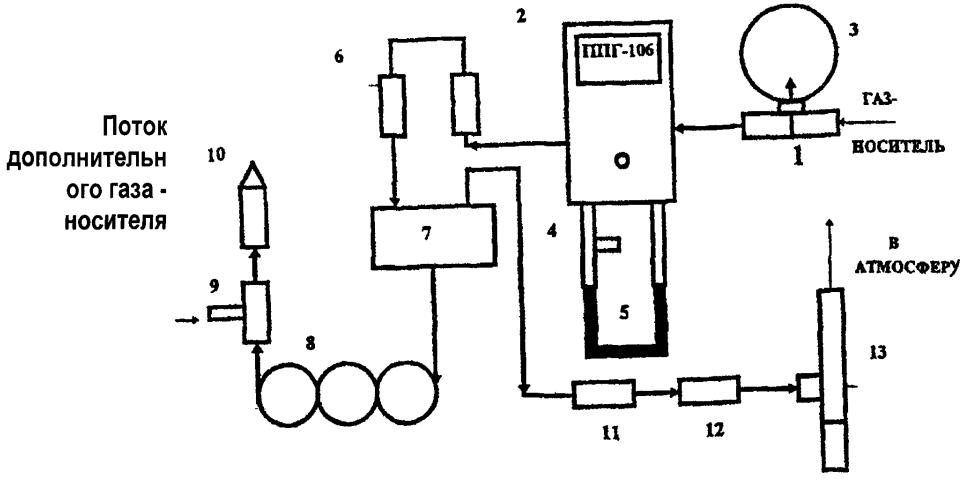

Рис. 1

Приложение 2

Методика калибровки емкости для приготовления градуировочной паровоздушной смеси.

1. Для приготовления ПВС используется стеклянная емкость с прокладкой из силиконовой или вакуумной резины.

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

Перед калибровкой емкость заполняют дистиллированной водой до перелива, закрывают крышкой, которой будет закрыта емкость при приготовлении паровоздушной смеси. Затем снимают крышку, переливают воду из емкости в цилиндр вместимостью V_c = 1000±10 см^3, остаток воды помещают в цилиндр вместимостью $V_ц$ = 100±1 см^3 и фиксируют объем.

Общий объем (V_i, дм^3) калибруемой емкости равен $V_i = V_c + V_ц$

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ УНИТАРНОЕ ПРЕДПРИЯТИЕ
"ВНИИМ им.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА"
190005, Россия, г. Санкт-Петербург, Московский пр., 19
Факс: 7 (812) 713-01-14, телефон: 7 (812) 251-76-01, e-mail: info@vniim.ru, http://www.vniim.ru

СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики выполнения измерений

№ 242/124-07

Методика выполнения измерения массовых концентрации ацетона, этилацетата, толуола, бутилацетата, м-, п- ксилола и -ксилола в пробах атмосферного воздуха газохроматографическим методом, разработанная ЗАО "АналитИнвест" (129226, г. Москва, ул.Сельскохозяйственная, 12а) и регламентированная в документе М –104 «Количественный химический анализ атмосферного воздуха и промышленных выбросов. Методика выполнения измерения массовых концентрации ацетона, этилацетата, толуола, бутилацетата, м-, п- ксилола и -ксилола в пробах атмосферного воздуха газохроматографическим методом (Москва, 2007 г. ранее ПНД 13.3.18-98) аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96.

Аттестация осуществлена по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке МВИ.

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

Дата выдачи свидетельства 09.11 2007 г.

Руководитель научно-исследовательского отдела Государственных эталонов в области физико-химических измерений [illegible]нопелько

МЕТРОЛОГИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Диапазон измерений массовой концентрации органических веществ в атмосферном воздухе с указанием ПДК и плотности указана в таблице 1

№ пп.	Наименование вещества	ПДК, мг/м^3	Диапазон определяемых концентраций, мг/м^3	ρ, г/см^3
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

Границы относительной суммарной погрешности измерений при доверительной вероятности 0,95и количестве параллельных определений п=2 составляет не более 25 %

ПРИМЕЧАНИЯ:

**При условии, что концентрации веществ различаются друг от друга не более, чем на 2 порядка.*

***Соответствует относительной расширенной неопределенности измерений (при коэффициенте охвата, k = 2), U = 25 %,*

Бюджет неопределённости измерений приведен в Приложении к настоящему свидетельству.

Нормативы

Наименование операции	№ пункта в документе на МВИ	Контролируемая (проверяемая) характеристика	Норматив
Проверка чистоты концентрирующего патрона (КП)	9.2	Дрейф нулевой линии	0.05
Проверка приемлемости выходных сигналов хроматографа при градуировке, измерениях и контроле	9.3.2	Модуль разности двух высот пиков хроматограмм вещества, сорбированного на КП, при паралельных измерениях, отнесенный к среднему арифметическому	(P=0,95) 0,06
Проверка приемлемости градуировки хроматографа по трем градуировочным растворам	9.3.3	Размах значений градуировочного коэффициента для каждого вещества, сорбированного на КП, отнесенный к среднему арифметическому	0,15
Проверка идентификации веществ, сорбированных на КП	10.3	Определяется по таблице 3 МВИ	
Проверка приемлемости результатов двух параллельных измерений	12	Модуль разности двух параллельных измерений массовой концентрации вещества, сорбированного на КП , отнесенный к среднему арифметическому	(P=0,95) 15%
Контроль погрешности результатов измерения	13.2	Модуль разности измеренной массовой концентрации вещества, сорбированного на КП в контрольной смеси, отнесенный к приписанному значению этой смеси	(P=0,90) ε = 25%

Руководитель лаборатории Л.В. Осипова

ЗАКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО ГР. N 276271 "Научно-производственная фирма "Аналит Инвест" "Analyt Invest" МОСКВА

ПРИЛОЖЕНИЕ
к свидетельству об аттестации № 242/ 124- 07 от 09.11.2007 г

Бюджет неопределенности измерений массовой концентрации органических веществ : ацетона,этилацетата, толуола, м- , п-, о- ксилола при их совместном присутствии в атмосферном воздухе газохроматографическим методом в диапазоне :

Наименование вещества	**Диапазон определяемых концентраций, г/м^3**
Ацетон	0.175–1.75
Этилацетат	0.05–0.5
Толуол	0.3–3.0
Бутилацетат	0.05–0.5
м-Ксилол	0.1–1.0
п-Ксилол	0.1–1.0
о-Ксилол	0.1–1.0

Составляет :

№ п/п	Источник неопределенности	Тип оценки	Относительная стандартная неопределенность, %
1.	Отбор проб воздуха	В	$U_{о.}$= 7
2.	Приготовление газовой смеси для калибровки с помощью КП	В	$U_{см}$ = 5
1	Приготовление градуировочных смесей на КП	В	$u_{кп}$ 1,5
2	Градуировка хроматографа	А	$u_{г.х.}$= 6
4	Стандартное отклонение результатов измерений	А	$u_г$= 2,5
Суммарная стандартная неопределенность			11
Расширенная неопределенность (k = 2)			24 Принято: 25

Примечания:

1 $u_г$ – соответствует СКО относительной случайной составляющей погрешности в условиях повторяемости;

2 $\sqrt{U_{о.} + U_{см} + u_{кп\ п}} = 2\ \sqrt{49+25+36+2.25+2x10.6} = 22$- соответствует границам относительной неисключенной систематической составляющей погрешности (по МИ 1317-04);

3 Оценка (неопределенности) типа А получена путем статистического анализа ряда наблюдений;

4 Оценка (неопределенности) типа В получена способами, отличными от статистического анализа ряда наблюдений.

Руководитель лаборатории Осипова Л.В.

ЗАКРЫТОЕ АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО "Научно-производственная фирма "АналитИнвест" "Analyt Invest" 276271 * МОСКВА *

Комитет Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации Гос. предприятие Всероссийский научно-исследоват. ин-т метрологии им. Д.И. Менделеева Орган аккредитации аналитических лабораторий ВНИИМ 1842