РД 52.24.506-98

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

Методические указания. Методика выполнения измерений массовой концентрации ацетона в водах газохроматографическим методом

Ростов-на-Дону
1998

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Гидрохимическим институтом

2 РАЗРАБОТЧИКИ Ю.Я. Винников, канд. хим. наук, (руководитель разработки), Н.С. Тамбиева

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Начальником УЭМЗ Росгидромета Цатуровым Ю.С. 8.06.98 г.

4 ОДОБРЕН Секцией по методам химического и радиологического мониторинга природной среды ЦКПМ Росгидромета 21.10.97 г. протокол №2 (22)

5 АТТЕСТАТ Выдан Гидрохимическим институтом в 1998 г. N 506

6 ЗАРЕГИСТРИРОВАН ЦКБ ГМП в 1998 г. N 506

7 РАЗРАБОТАН ВПЕРВЫЕ

Введение

К природным источникам поступления ацетона в окружающую среду относят высшие растения, почвенные и водные микроорганизмы, некоторые водоросли. Основными антропогенными источниками загрязнения водных объектов ацетоном являются сточные воды предприятий по производству лаков и красок, лекарств, химических продуктов и других.

Вследствие токсического воздействия на водные организмы содержание ацетона в поверхностных водах нормируется. Для водных объектов рыбохозяйственного назначения ПДК ацетона составляет 0,05 мг/дм^3, для объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования 2,2 мг/дм^3.

РУКОВОДЯЩИЙ ДОКУМЕНТ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ. МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ АЦЕТОНА В ВОДАХ ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Дата введения 01.08.1998 г.

1 Назначение и область применения методики

Настоящий руководящий документ устанавливает газохроматографическую методику определения массовой концентрации ацетона в диапазоне 0,025 - 0,250 мг/дм^3 в пробах природных и очищенных сточных вод. При анализе проб воды с массовой концентрацией ацетона, превышающей 0,250 мг/дм^3, верхний предел определения регулируют соответствующим изменением шкалы регистратора аналитического сигнала хроматографа.

2 Нормы погрешности и значения характеристик погрешности измерений

Нормы погрешности для определения ацетона в водах не установлены. Найденные для настоящей методики значения характеристик погрешности и ее составляющих приведены в таблице.

При концентрациях ацетона свыше 0,250 мг/дм^3 погрешность определения не превышает значений, рассчитанных по зависимостям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1 - Значения характеристик погрешности и ее составляющих (P=0,95)

Диапазон измеряемых концентраций ацетона, С, мг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мг/дм^3		Характеристика погрешности, мг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma\left(\frac{\cdot}{\Delta}\right)$	систематической Δ_c	
0,025 - 0,250	0,003+0,05 С	0,05 С	0,006+0,11 С

3 Метод измерений

Определение основано на предварительном концентрировании ацетона дистилляцией (отгонкой с паром) и последующем газохроматографическом анализе равновесного пара концентрата с применением пламенно-ионизационного детектора.

Качественную идентификацию ацетона осуществляют по временам удерживания при сравнении хроматограмм пробы и стандартного раствора.

Расчет количественного содержания ацетона проводят по соотношениям высот или площадей хроматографических пиков на хроматограммах стандартного раствора и пробы воды.

Мешающих влияний на результаты определения ацетона при соблюдении условий концентрирования и измерения, регламентированных методикой, не обнаружено. Наиболее близкие по времени удерживания к ацетону легколетучие алифатические углеводороды в этих условиях практически полностью теряются. В приложении приведена в качестве иллюстрации хроматограмма равновесного пара пробы загрязненной природной воды.

4 Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы

4.1 Средства измерений и вспомогательные устройства

4.1.1 Хроматограф газовый серии "Цвет 500М" по ТУ 1.550.150 или другого типа с пламенно-ионизационным детектором.

4.1.2 Весы аналитические 2 класса точности по ГОСТ 24104.

4.1.3 Весы технические лабораторные 4 класса точности по ГОСТ 24104 с пределом взвешивания 200 г.

4.1.4 Шкаф сушильный общелабораторный по ГОСТ 13474.

4.1.5 Плитка электрическая с закрытой спиралью и регулируемой мощностью нагрева по ГОСТ 14919.

4.1.6 Водяной термостат любого типа, обеспечивающий температуру 50 ±0,2 °С.

4.1.7 Баня водяная по ТУ 46-22-608.

4.1.8 Микрокомпрессор для аквариумов.

4.1.9 Насос водоструйный стеклянный по ГОСТ 10696.

4.1.10 Водород газообразный в баллоне по ГОСТ 3022 или генератор водорода, обеспечивающий давление водорода не менее 1 атм.

4.1.11 Колонка хроматографическая стеклянная с внутренним диаметром 3 мм и длиной 3 м - 2

4.1.12 Секундомер, класс 3, по ГОСТ 5072 - 1

4.1.13 Шприц медицинский комбинированный со стеклянным поршнем по ТУ 61-1-378 или шприц газовый любого типа вместимостью 2 $см^3$ - 2

4.1.14 Иглы инъекционные с мандренами по ОСТ 64-1-102 - 2

4.1.15 Колбы мерные не ниже 2-го класса точности по ГОСТ 1770 вместимостью: 50 $см^3$ - 1

4.1.16 Пипетки градуированные по ГОСТ 20292 вместимостью:

1 $см^3$ - 3

10 $см^3$ - 1

4.1.17 Цилиндры мерные по ГОСТ 1770 вместимостью:

25 $см^3$ - 1

250 $см^3$ - 1

4.1.18 Пробирки градуированные с притертыми пробками по ГОСТ 1770 вместимостью 15 $см^3$ с ценой деления 0,1 $см^3$ - 2

4.1.19 Стакан химический термостойкий по ГОСТ 25336 вместимостью 250 $см^3$ - 1

4.1.20 Чашка фарфоровая диаметром 100 мм по ГОСТ 9147 - 1

4.1.21 Воронка лабораторная диаметром 30 мм по ГОСТ 25336 - 1

4.1.22 Установка из стекла для дистилляции, включающая перегонную колбу вместимостью 250 $см^3$ с насадкой Н1 и холодильник ХПТ длиной 250-400 мм (все по ГОСТ 25336).

4.1.23 Склянки с притертыми пробками по ГОСТ 25336 вместимостью: 250 $см^3$ - 1

500 $см^3$ - 1

4.1.24 Флаконы аптечные с навинчивающимися пробками и резиновыми вкладышами по ТУ 64-2-109 номинальной вместимостью 10 $см^3$ - 20

4.1.25 Склянки с притертыми пробками или с навинчивающимися крышками и герметизирующими вкладышами для транспортировки проб воды вместимостью 500 $см^3$.

Допускается использование других типов средств измерений, посуды и вспомогательного оборудования, в том числе импортных, с характеристиками не хуже, чем у приведенных в 4.1.

4.2 Реактивы и материалы

4.2.1 Ацетон по ГОСТ 2603, ч.д.а., свежеперегнанный или ацетон по ТУ 6-09-3513, ос.ч.

4.2.2 Хроматографические насадки: 10 % FFAP на хромосорбе W-AW, фракция 0,200-0,250 мм или 15 % карбовакса 20М на хроматоне N-AW-DMCS или N-Super, фракция 0,200-0,250 мм; или хроматон N-AW-DMCS или N-Super, фракция 0,200-0,250 мм и карбовакс 20М; при отсутствии указанных фаз допускается использовать апиезон L на хроматоне N-AW-DMCS или N-Super, фракция 0,200-0,250 мм.

4.2.3 Сульфат натрия безводный по ГОСТ 4166, ч.

4.2.4 Хлороформ по ГОСТ 20015, очищенный.

4.2.5 Кислота серная по ГОСТ 4204, ч.д.а.

4.1.6 Азот газообразный особой чистоты по МРТУ 602-375 или азот нулевой поверочный по ТУ 6-21-39 в баллоне.

4.2.7 Стеклоткань по ГОСТ 10146.

4.2.8 Фторопластовая пленка (лента) Ф-4 КО по ГОСТ 24222 толщиной 0,04 - 0,08 мм.

4.2.9 Дистиллированная вода по ГОСТ 6709.

Допускается использование реактивов и материалов, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе импортных, с квалификацией не ниже указанной в 4.2.

5 Отбор и хранение проб

Отбор проб производится в соответствии с ГОСТ 17.1.5.05 в склянки вместимостью 0,5 $дм^3$ с хорошо пришлифованными или завинчивающимися пробками с вкладышами, обеспечивающими герметичность.

Анализ проб следует проводить не позднее 6 ч после отбора при хранении пробы при температуре выше 10 °С без консерванта, либо в течение 7 сут при консервировании пробы серной кислотой из расчёта 1 $см^3$ раствора кислоты (1:1) на 1 $дм^3$ пробы.

6 Условия выполнения измерений

В воздухе помещения, где выполняют измерения, не должны содержаться пары ацетона. Не допускается в одной комнате проводить определение ацетона и другие работы, связанные с использованием ацетона в качестве растворителя.

7 Подготовка к выполнению измерений

7.1 Приготовление растворов и реактивов

7.1.1 Вода, очищенная от ацетона

Дистиллированную воду кипятят в течение 30 мин. Хранят в склянке с притертой пробкой.

7.1.2 Сульфат натрия безводный

Прокаливают сульфат натрия в муфельной печи при температуре 400 °С в течение 4 ч. Хранят в склянке с притертой пробкой.

7.1.3 Раствор серной кислоты, 1:1

К 100 $см^3$ дистиллированной воды, помещенной в термостойкий химический стакан, при непрерывном перемешивании приливают 100 $см^3$ концентрированной серной кислоты.

7.2 Подготовка флаконов

В качестве сосудов для парофазного анализа используют стандартные стеклянные (аптечные) флаконы с номинальной вместимостью 10 $см^3$ (полная вместимость 12-14 $см^3$) с навинчивающимися пластмассовыми крышками и резиновыми вкладышами.

Для отбора паровой фазы в крышке флакона просверливают отверстие диаметром 1,5 - 2 мм для ввода иглы шприца. Герметизацию флакона осуществляют с помощью резинового вкладыша, у которого срезают выступающую часть. Уплотнение осуществляют гладкой стороной вкладыша.

Резину от контакта с пробой защищают прокладкой, вырезанной из фторопластовой пленки. Фторопластовая прокладка заменяется после каждого определения.

Для каждой серии определений подбирают флаконы с вместимостью, отличающейся не более, чем на ±0,2 см. Для этого флакон полностью заполняют водой при комнатной температуре (если вода образует выпуклый мениск, излишек снимают стеклянной палочкой) и измеряют с помощью цилиндра объем воды, который равен полной вместимости флакона.

В чистый сухой флакон помещают 4 г сульфата натрия, герметично его закрывают и в таком виде хранят до отбора пробы.

7.3 Подготовка устройства для ввода пробы

Отбор и ввод в хроматограф паровой фазы осуществляют с помощью устройства для парофазного анализа при наличии его в комплекте хроматографа. При отсутствии такого устройства пробу равновесного пара отбирают и вводят шприцем вместимостью 2 $см^3$ (4.1.14).

Подготовку устройства для парофазного анализа или газового шприца осуществляют в соответствии с инструкцией по их эксплуатации.

Медицинский шприц непосредственно перед отбором паровой фазы подогревают, наполняя его несколько раз дистиллированной водой с температурой не ниже 50 °С. Внутренняя поверхность шприца должна быть влажной, однако присутствие в шприце капель воды недопустимо.

7.4 Приготовление стандартных растворов ацетона

Стандартные растворы ацетона, аттестованные по процедуре приготовления, готовят из ацетона и очищенной от ацетона дистиллированной воды в соответствии с 7.4.1-7.4.4.

Для всех стандартных растворов погрешности, обусловленные процедурой приготовления, не превышают 4 % относительно приписанного значения массовой концентрации ацетона.

7.4.1 Основной раствор ацетона

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 70-80 $см^3$ воды, пипеткой вместимостью 1 $см^3$ добавляют 0,63 $см^3$ ацетона, доводят до метки водой и перемешивают. 1 $см^3$ раствора содержит 5 мг ацетона.

Основной раствор ацетона хранят при температуре 4-6 °С не более 7 дней.

7.4.2 Промежуточный раствор ацетона

В мерную колбу вместимостью 50 см ^{3} вносят 30-40 см ^{3} воды, пипеткой вместимостью 1 см ^{3} добавляют 1,0 см ^{3} основного раствора ацетона, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см ^{3} раствора содержит 0,1 мг ацетона.

7.4.3 Рабочий раствор ацетона

В мерную колбу вместимостью 100 см ^{3} вносят 70-80 см ^{3} воды, пипеткой вместимостью 1 см ^{3} добавляют 1,0 см ^{3} промежуточного раствора ацетона, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см ^{3} раствора содержит 0,001 мг ацетона.

Промежуточный и рабочий растворы ацетона используют в день приготовления.

7.4.4 Приготовление стандартных проб воды для парофазного анализа

В два флакона для парофазного анализа, подготовленных в соответствии с 7.2, пипеткой вместимостью 10 см ^{3} вносят по 7 см ^{3} рабочего раствора ацетона и герметизируют флаконы.

Стандартные пробы воды для парофазного анализа анализируют вместе с рабочими пробами в соответствии с 8.3.

7.5 Нанесение неподвижной фазы на твердый носитель

7.5.1 Приготовление хроматографической насадки 15 % карбовакса 20М или апиезона L на хроматоне N-AW-DMCS или N-Super.

Отвешивают 20 г носителя и переносят в фарфоровую чашку. 3,5 г карбовакса 20М или апиезона L растворяют в 50 см ^{3} хлороформа и раствор приливают к носителю. Хлороформ испаряют на водяной бане с помощью вентилятора при осторожном встряхивании чашки.

По испарении растворителя, когда подготовленная насадка станет легкосыпучей, ее помещают на 3 ч для просушивания в термостат при температуре 70 °С, после чего приступают к заполнению колонки.

7.6 Подготовка хроматографических колонок

Стеклянную хроматографическую колонку промывают ацетоном, сушат при 100-110 °С и заполняют готовой (4.2.2) или приготовленной в соответствии с 7.5 хроматографической насадкой. Для этого один конец колонки закрывают стеклотканью и подсоединяют к водоструйному насосу. К другому концу колонки подсоединяют воронку и через нее заполняют колонку насадкой при постукивании по ней палочкой до тех пор, пока сорбент не перестанет уплотняться. Затем открытый конец колонки закрывают стеклотканью.

Колонку подсоединяют к испарителю хроматографа (не подсоединяя к детектору), устанавливают расход газа-носителя 40-50 см ^{3}/мин и выдерживают при 50-60 °С в течение 20 мин. Затем поднимают температуру термостата колонок со скоростью 2 град/мин до 180 °С и выдерживают при этой температуре 8 ч.

Во время кондиционирования рекомендуется ввести в колонку 3-4 пробы равновесного с дистиллированной водой пара (раздел 8).

Откондиционированную колонку присоединяют к детектору хроматографа.

7.7 Подготовка хроматографа

Подготовку хроматографа проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации и устанавливают условия хроматографирования, исходя из следующих параметров:

- расход газа носителя и водорода 30 см ^{3}/мин;
- расход воздуха 300 см ^{3}/мин;
- температура испарителя 150 °С;
- температура колонки 80 - 100 °С;
- рабочий предел шкалы измерений - в зависимости от определяемых концентраций (50 - 200·10^{-12} А).

После выхода прибора на рабочий режим для насыщения колонки вводят в испаритель несколько раз по 2 см ^{3} равновесного пара пробы с добавкой ацетона.

8 Выполнение измерений

8.1 Холостая проба

Определение массовой концентрации ацетона в холостой пробе проводят с целью проверки чистоты реактивов и материалов, используемых в анализе, а также помещения, где выполняется анализ. Для этого 200 $см^3$ очищенной от ацетона воды помещают в перегонную колбу установки для дистилляции, выполняют отгонку концентрата (8.2) и его парофазный анализ (8.3). Хроматограмма не должна содержать пиков, одинаковых по временам выхода с пиком ацетона. В противном случае следует найти и устранить причину загрязнения.

8.2 Предварительное концентрирование ацетона дистилляцией

200 $см^3$ анализируемой воды помещают в перегонную колбу установки для дистилляции и отгоняют 15 $см^3$ дистиллята в градуированную пробирку (4.1.20).

Пробирку с концентратом ацетона закрывают, пробу осторожно перемешивают, отбирают пипеткой вместимостью 10 $см^3$ дважды по 7 $см^3$ концентрата, переносят во флаконы для парофазного анализа (7.2), куда заранее помещено по 4 г сульфата натрия, и герметизируют флаконы.

8.3 Парофазный анализ концентрата

Флаконы с пробами концентрата помещают в термостат с температурой 50 °С и выдерживают 35-40 мин для установления равновесия. В течение этого времени флаконы несколько раз энергично встряхивают.

При отборе и вводе равновесного пара с помощью предварительно подогретого шприца (7.3) вводят иглу шприца во флакон, 3-4 раза заполняют шприц и выталкивают равновесный пар обратно во флакон, затем отбирают 2,5 $см^3$ пара. Непосредственно перед вводом иглы в испаритель устанавливают поршень на деление 2 $см^3$, вводят пробу через испаритель в хроматографическую колонку и записывают хроматограмму.

При использовании устройства для парофазного анализа отбор и ввод равновесного пара осуществляют в соответствии с инструкцией по его эксплуатации.

Одновременно с анализом серии проб выполняют в таких же флаконах анализ проб очищенной воды с добавкой ацетона (7.4.4). Если величины высот или площадей хроматографических пиков ацетона в рабочих пробах более, чем в 10 раз превышают таковые в пробах с добавкой, готовят пробы с соответственно большей добавкой ацетона и повторяют анализ.

9 Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию ацетона в пробе анализируемой воды C_x, мг/дм^3 рассчитывают по формуле:

$$C_x = \frac{C_{cm} \cdot h_x(S_x) \cdot V_1 \cdot 1{,}2}{h_{cm}(S_{cm}) \cdot V}, \qquad (1)$$

где $C_{ст}$ - концентрация ацетона в рабочем стандартном растворе, мг/см^3;

h_x (S_x)- высота (площадь) хроматографического пика ацетона в анализируемой пробе, мм (мм^2);

$h_{ст}$ ($S_{ст}$)- высота (площадь) хроматографического пика ацетона в стандартной пробе, мм (мм^2);

V_1 - объем отгона, см^3;

V - объем пробы воды, взятый для отгонки, дм^3;

1,2 - коэффициент, учитывающий степень отгонки ацетона.

Результат измерения в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$C_x \pm \Delta, \text{ мкг/ дм}^3 \ (P = 0{,}95), \qquad (2)$$

где Δ - характеристика погрешности измерения для данной массовой концентрации ацетона (таблица).

Численное значение результата измерения должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и значение характеристики погрешности.

10 Контроль погрешности измерений

Периодичность контроля - не менее одной контрольной на 15-20 рабочих проб за период, в течение которого условия проведения анализа неизменны. Образцами для контроля являются рабочие пробы воды, отобранные в соответствии с разделом 5. Их объем должен быть достаточным для проведения основного и контрольного определений.

Анализ неконсервированных проб должен быть выполнен не позднее 6 ч, консервированных - не позднее 7 суток после отбора.

10.1 Оперативный контроль воспроизводимости

Для оперативного контроля воспроизводимости используют только пробы воды, законсервированные в соответствии с разделом 5.

Выполняют измерение массовой концентрации ацетона в основной (C_{X1}) и контрольной (C_{X2}) пробах. Интервал между анализом основной и контрольной проб должен составлять 1-3 сут.

Результат контроля признают удовлетворительным, если расхождение между C_{X1} и C_{X2} не превышает норматив контроля D:

$$| C_{X1} - C_{X2} | \le D \qquad (3)$$

Норматив контроля рассчитывают по формуле:

$$D = 2{,}77\ \sigma(\dot{\Delta}) \qquad (P=0{,}95), \qquad (4)$$

где $\sigma(\dot{\Delta})$ - характеристика случайной составляющей погрешности для массовой доли ацетона, рассчитанной по формуле $(C_{X1} + C_{X2})/2$ (таблица).

При превышении норматива контрольное определение повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам и устраняют их.

10.2 Оперативный контроль погрешности

Для проведения контроля погрешности отбирают пробу воды, отмеривают равные объемы ее и помещают в две склянки.

Выполняют измерение массовой концентрации ацетона в одной из них и получают результат C_{X1}. В другую склянку вводят добавку ацетона $C_д$, выполняют анализ и получают результат C_{X2}. Величина добавки должна составлять не более 100 % от C_{X1}. При отсутствии ацетона в исходной пробе добавка должна составлять удвоенную минимально определяемую концентрацию. Анализ проб без добавки и с добавкой выполняют в одно время и в одинаковых условиях.

Результат контроля признают удовлетворительным, если выполняется условие:

$$\left| C_{x2} - C_{x1} - C_д \right| \le K, \qquad (5)$$

Норматив оперативного контроля погрешности К, мкг/дм^3, рассчитывают по формуле:

$$K = 0{,}84 \cdot \Delta_{cc} + 1{,}64 \cdot \sqrt{\sigma^2_{Cx2}(\overset{0}{\Delta}) + \sigma^2_{Cx1}(\overset{0}{\Delta})}, \qquad (6)$$

где Δ_{cc}- характеристика систематической составляющей погрешности, соответствующая концентрации добавки $C_д$;

$\sigma^2_{Cx2}(\overset{0}{\Delta})$ и $\sigma^2_{Cx1}(\overset{0}{\Delta})$ - характеристики случайной составляющей погрешности для C_{X2} и C_{X1} соответственно.

Характеристики систематической и случайной составляющих погрешности находят из таблицы в разделе 2 в соответствии с концентрациями ацетона в пробах.

При превышении норматива контрольное определение повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам и устраняют их.

11 Требования безопасности

11.1 При выполнении определений массовой концентрации ацетона в пробах природных и очищенных сточных вод соблюдают требования безопасности, установленные в "Правилах по технике безопасности при производстве наблюдений и работ на сети Госкомгидромета", Л., Гидрометеоиздат, 1983, или в "Типовой инструкции по технике безопасности для гидрохимических лабораторий служб Роскомвода", М., 1995.

11.2 По степени воздействия на организм вредные вещества, используемые при выполнении определений, относятся ко 2, 3, 4 классам опасности по ГОСТ 12.1.007.

11.3 Содержание используемых вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать установленных предельно допустимых концентраций в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

12 Требования к квалификации операторов

К выполнению определений и обработке их результатов допускаются лица с высшим профессиональным образованием, имеющие опыт работы с газовой хроматографией и освоившие методику анализа.

13 Затраты времени на проведение анализа

На подготовительные работы требуется:

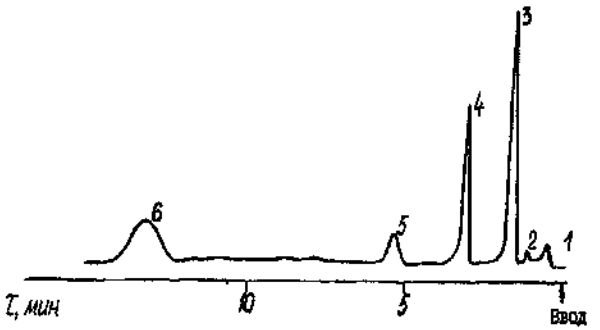
- приготовление хроматографической насадки - 6 чел.-ч;
- подготовку колонки - 1,5 чел.-ч;
- приготовление растворов и реактивов в расчете на 100 определений - 1,0 чел.-ч;
- приготовление стандартных растворов - 2,0 чел.-ч.

Для проведения анализа серии из 10 проб требуется 12,0 чел.-ч.

Затраты времени на подготовку посуды включены в затраты времени на проведение анализа.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Хроматограмма равновесного пара пробы природной воды на колонке с 10 % FFAP на хромосорбе W-AW
(р. Северский Донец, вблизи выпуска сточных вод химкомбината)



1 - метан; 2 - неидентифицированное соединение; 3 - ацетон; 4 - бензол; 5 - толуол; 6 - хлорбензол

Рисунок

ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА РОССИИ ПО ГИДРОМЕТЕОРОЛОГИИ И МОНИТОРИНГУ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ ИНСТИТУТ

СВИДЕТЕЛЬСТВО N 506
об аттестации МВИ

МЕТОДИКА ВЫПОЛНЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ массовой концентрации ацетона в водах газохроматографическим методом.

ОСНОВАНА на предварительном концентрировании ацетона дистилляцией (отгонкой с паром) и последующем газохроматографическом анализе равновесного пара концентрата с применением пламенно-ионизационного детектора.

РАЗРАБОТАНА Гидрохимическим институтом.

РЕГЛАМЕНТИРОВАНА в РД 52.24.506-98.

АТТЕСТОВАНА в соответствии с ГОСТ Р 8.563 (ГОСТ 8.010).

АТТЕСТАЦИЯ проведена Гидрохимическим институтом на основании результатов экспериментальных исследований в 1995 г.

В результате аттестации МВИ установлено:

1. МВИ соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками:

Значения характеристик погрешности и ее составляющих (P=0,95)

Диапазон измеряемых концентраций ацетона, С, мг/дм^3	Характеристики составляющих погрешности, мг/дм^3		Характеристика погрешности, мг/дм^3, Δ
	случайной, $\sigma\left(\overset{\circ}{\Delta}\right)$	систематической $\overset{\circ}{\Delta}$,	
0,025 - 0,250	0,003+0,05 C	0,05 C	0,006+0,11 C

2. Оперативный контроль погрешности измерений проводят в соответствии с разделом 10 РД 52.24.506-98.

Главный метролог А.А. Назарова