Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.1922—4.1.1934—04

Выпуск 47

Издание официальное

Москва • 2005

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей
и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний МУК 4.1.1922—4.1.1934—04

Выпуск 47

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.— Вып. 47.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2005.—128 с.

ISBN 5—7508—0585—9

1. Методические указания подготовлены: ГУ НИИ медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьева, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Г. Ф. Громова), при участии А. И. Кучеренко (Департамент госсанэпиднадзора Минздрава России).

2. Рекомендованы к утверждению на совместном заседании группы Главного эксперта Комиссии по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию МЗ РФ по проблеме «Лабораторно-инструментальное дело и метрологическое обеспечение» и специалистов Проблемной комиссии «Научные основы медицины труда».

3. Утверждены и введены в действие Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 18 августа 2004 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

ISBN 5—7508—0585—9

© Роспотребнадзор, 2005
© Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2005

Содержание

Введение 4
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N-аллил-N-(2,4,6-триметилфениламинокарбонилметил) морфолиния бромида (Кватернидин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1922—04 5
Измерение массовых концентраций амидодианилинметана (дифенилгуанидина) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1923—04 14
Измерение массовых концентраций амидодианилинметана (дифенилгуанидина) в воздухе рабочей зоны методом фотометрии: МУК 4.1.1924—04 23
Измерение массовых концентраций аммоний калий динитрата (аммиачно-калиевой селитры) в воздухе рабочей зоны методом фотометрии: МУК 4.1.1925—04 31
Газохроматографическое измерение массовых концентраций 2,2,3,4,4,4-гексафтор-1-бутанол (гексафторбутанола) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1926—04 38
Газохроматографическое измерение массовых концентраций 1,1,1,2,3,3,3-гептафторпропана (хладона 227 еа) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1927—04 49
Газохроматографическое измерение массовых концентраций 1,1,1,2,2,3,3-гептафторпропана (хладона 227 са) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1928—04 60
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2,3-ди(бромметил)хиноксалин-1,4-диоксида в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1929—04 70
Измерение массовых концентраций 4-метилфенилен-1,3-диизоцианата (толуилендиизоцианата) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.1930—04 77
Измерение массовых концентраций тетрабутилфосфонийбромида в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1931—04 86
Фотометрическое измерение массовых концентраций [три(трифторметансульфонат)]лантана (трифторметансульфонат лантана) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1932—04 94
Измерение массовых концентраций хлорметана (хлористого метила), хлорэтана (хлористого этила), дихлорметана (метиленхлорида), трихлорметана (хлороформа), тетрахлорметана (четыреххлористого углерода) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.1933—04 102
Измерение массовых концентраций хлорциана (цианхлорида) в воздухе рабочей зоны методом фотометрии: МУК 4.1.1934—04 115
Приложение 1. Приведение объема воздуха к стандартным условиям 125
Приложение 2. Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям 126
Приложение 3. Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ 127
Приложение 4. Вещества, определяемые по ранее утвержденным «Методическим указаниям по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» 127

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации

Г. Г. Онищенко
18 августа 2004 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций хлорметана (хлористого метила), хлорэтана (хлористого этила), дихлорметана (метиленхлорида), трихлорметана (хлороформа), тетрахлорметана (четыреххлористого углерода) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии

Методические указания
МУК 4.1.1933—04

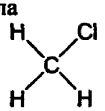
1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный хроматографический анализ воздуха рабочей зоны на содержание хлорметана в диапазоне массовых концентраций от 2 до 46 мг/м^3, хлорэтана – от 14 до 288 мг/м^3, дихлорметана – от 13 до 268 мг/м^3, трихлорметана –от 3 до 60 мг/м^3, тетрахлорметана – от 3 до 66 мг/м^3.

2. Характеристика веществ

2.1. Хлорметан

2.1.1. Структурная формула



2.1.2. Эмпирическая формула CH_3Cl.

2.1.3. Молекулярная масса 50,49.

2.1.4. Регистрационный номер CAS 74-87-3.

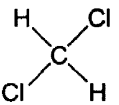
2.1.5. *Физико-химические свойства.* Хлорметан – газ с температурой кипения минус 23,7 °С, плотностью 2,31 г/дм^3, хорошо растворяется

в спирте, уксусной кислоте. Растворимость в воде – 0,9 %. Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.1.6. *Токсикологическая характеристика.* Действует преимущественно на нервную систему и внутренние органы. Согласно ГН 2.2.5.686—98 предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны – 5 мг/м^3, второй класс опасности.

2.2. Дихлорметан

2.2.1. Структурная формула



2.2.2. Эмпирическая формула CH_2Cl_2.

2.2.3. Молекулярная масса 84,94.

2.2.4. Регистрационный номер CAS 75-09-2.

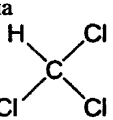
2.2.5. *Физико-химические свойства.* Дихлорметан – жидкость с температурой кипения 40,1 °С, плотностью 1,34 г/см^3, хорошо растворяется в спирте, эфире. Растворимость в воде – 2 %. При соприкосновении с открытым пламенем разлагается с образованием фосгена и хлористого водорода. Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.2.6. *Токсикологическая характеристика.* Обладает наркотическим действием, при длительном воздействии поражает печень, почки, нервную и сердечно-сосудистую систему.

Согласно ГН 2.2.5.686—98 предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны 50 мг/м^3, четвертый класс опасности.

2.3. Трихлорметан

2.3.1. Структурная формула



2.3.2. Эмпирическая формула $CHCl_3$.

2.3.3. Молекулярная масса 119,4.

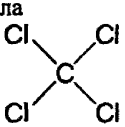
2.3.4. Регистрационный номер CAS 67-66-3.

2.3.5. *Физико-химические свойства.* Трихлорметан – жидкость, с температурой кипения 61,2 °С, плотностью 1,5 г/см^3, хорошо растворяется в спирте, эфире, бензоле, ацетоне. Растворимость в воде – 1,0 %. На свету при доступе воздуха легко разлагается, особенно при соприкосновении паров с открытым пламенем, образуя фосген и хлористый водород. Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.3.6. *Токсикологическая характеристика.* Наркотик, действующий токсически на обмен веществ и внутренние органы, в особенности на печень. Согласно ГН 2.2.5.686—98 предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны 5 мг/м^3, второй класс опасности.

2.4. Тетрахлорметан

2.4.1. Структурная формула



2.4.2. Эмпирическая формула CCl_4.

2.4.3. Молекулярная масса 153,8.

2.4.4. Регистрационный номер CAS 56-23-5.

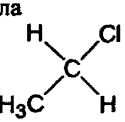
2.4.5. *Физико-химические свойства.* Тетрахлорметан – жидкость, с температурой кипения 76,8 °С, плотностью 1,632 г/см^3, хорошо растворяется в спирте, эфире, бензоле. Растворимость в воде – 0,08 %. При соприкосновении с открытым пламенем разлагается с образованием фосгена и хлористого водорода. Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.4.6. *Токсикологическая характеристика.*

Наркотик, вызывающий тяжелые повреждения печени, почек. Согласно ГН 2.2.5.686—98 предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны 20 мг/м^3, второй класс опасности.

2.5. Хлорэтан

2.5.1. Структурная формула



2.5.2. Эмпирическая формула C_2H_5Cl.

2.5.3. Молекулярная масса 64,52.

2.5.4. Регистрационный номер CAS 75-00-3.

2.5.5. *Физико-химические свойства.* Хлорэтан – легколетучая жидкость с резким эфирным запахом, температурой кипения 12,2 °С (при температуре воздуха более 20 °С переходит в газообразное состояние), плотностью 0,921 г/см^3, хорошо растворяется в спирте, эфире. Растворимость в воде – 0,43 %. При соприкосновении с открытым пламенем разлагается с образованием фосгена и хлористого водорода.

Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.5.6. *Токсикологическая характеристика.* Наркотик, вызывающий повреждения внутренних органов. Согласно ГН 2.2.5.686—98 предель-

но допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны 50 мг/м^3, четвертый класс опасности.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений массовых концентраций определяемых соединений с относительной погрешностью ± 23 % для хлорметана и тетрахлорметана, ± 25 % – для хлорэтана, ± 22 % – для дихлорметана и трихлорметана, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации определяемых веществ выполняют методом газожидкостной хроматографии.

Регистрацию осуществляют пламенно-ионизационным детектором.

Количественное измерение проводят методом абсолютной градуировки.

Отбор проб проводят в газовые пипетки.

Нижний предел измерения содержания хлорметана в анализируемом объеме – $0,01 \cdot 10^{-3}$ мг, дихлорметана – $0,067 \cdot 10^{-3}$ мг, трихлорметана – $0,015 \cdot 10^{-3}$ мг, тетрахлорметана – $0,016 \cdot 10^{-3}$ мг, хлорэтана – $0,07 \cdot 10^{-3}$ мг.

Метод специфичен в условиях производства и розлива хлорметанов и хлорэтана. Определению не мешают хлористый водород и метан.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы.

5.1. Хроматограф газовый серии «Цвет-500» с пламенно-ионизационным детектором	
5.2. Колонка хроматографическая длиной 3 м и внутренним диаметром 3 мм	ТУ 25-05.85.001—85
5.3. Шприцы медицинские, вместимостью 1, 2, 5, 10 и 20 см^3	ТУ 64-1-378—90
5.4. Микрошприц МШ-10	ТУ 2.833.106
5.5. Весы лабораторные типа ВЛР-200	ГОСТ 24104—2001
5.6. Гири, набор (1—100) г F_1	ГОСТ 7328—2001
5.7. Цилиндры 2-100-2 и 2-1000-2	ГОСТ 1770—74
5.8. Линейка измерительная	ГОСТ 427—75
5.9. Лупа измерительная	ГОСТ 25706—83
5.10. Аспиратор для отбора проб воздуха М-822	ТУ 64-1-862—82

5.11. Ротаметр для измерения расхода воздуха в пределах от 0,2 до 1 $дм^3$/мин	ТУ 64-1-0801-256—80
5.12. Пипетки газовые 1-200, 1-1000	ГОСТ 18954—73
5.13. Гелий баллонный	ТУ 51-940—80
5.14. Водород баллонный	ГОСТ 3022—88
5.15. Воздух кл. 0	ГОСТ 17433—80
5.16. Хлорметан	ГОСТ 12794—80
5.17. Хлорэтан	ГОСТ 2769—92
5.18. Дихлорметан	ГОСТ 9968—86
5.19. Трихлорметан	ГОСТ 20015—88
5.20. Тетрахлорметан	ГОСТ 4—84
5.21. Хроматографическая насадка: 15 % SE-30 на хроматоне N-AW фр. (0,16—0,2) мм	
5.22. Ацетон	ГОСТ 2768—84
5.23. Стекловата	ГОСТ 4640—93

Допускается применение других средств измерения с метрологическими характеристиками, оборудования с техническими характеристиками и реактивов по квалификации не хуже вышеуказанных.

6. Требования безопасности

6.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005—88.

6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ должны соблюдаться меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91.

6.3. При выполнении измерений с помощью газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцию по эксплуатации прибора.

6.4. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением свыше 0,07 МПа, необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением» (Госгортехнадзор России, 1996 № 20 ГОСТ 12.2.085).

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим или средним специальным образованием, прошедшие обучение работе на газовом хроматографе.

8. Условия измерений

8.1. Процессы приготовления газовых смесей и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении (84—106) кПа и относительной влажности воздуха не более 80 %.

8.2. Выполнение измерений на газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовку и заполнение колонки, подготовку хроматографа, приготовление газовых смесей, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Подготовка и заполнение колонки

Колонку перед заполнением следует промыть ацетоном, трихлорметаном, высушить, закрыть с одного конца стекловатой и заполнить хроматографической насадкой, применяя вакуум, уплотняя насадку легким постукиванием.

После заполнения концы колонки закрывают на 0,5—1 см стекловатой, помещают колонку в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют при температуре 150 °С, постепенно повышая ее от 50 до 150 °С в течение 24 ч.

9.2. Подготовка хроматографа

Подготовку прибора и вывод его на рабочий режим проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

9.3. Приготовление газовоздушных смесей

9.3.1. Приготовление газовоздушной смеси № 1

Газовоздушную смесь готовят в газовых пипетках вместимостью 1 дм^3. Объем пипеток калибруют с помощью мерных цилиндров и воды.

В вакуумированную газовую пипетку с помощью микрошприца вносят 10 мм^3 дихлорметана и по 2 мм^3 трихлорметана и тетрахлорметана. С помощью медицинских шприцев вносят 1,0 см^3 газообразного хлорметана и 5,0 см^3 хлорэтана (хлорэтан в условиях п. 8 находится в газообразном состоянии). Массовую концентрацию определяемого компонента C_1, мг/дм^3, рассчитывают по формуле:

$$C_1 = \frac{m_i}{V_1}, \text{ где} \qquad (1)$$

V_1 – объем пипетки, дм^3;

m_i – масса определяемого компонента, мг, которая для хлорметана и хлорэтана определяется по формуле:

$$m_i = \frac{V_2 \cdot M \cdot 293 \cdot P}{22{,}4 \cdot (273 + t) \cdot 101{,}3}, \text{ где} \qquad (2)$$

M – молекулярная масса определяемого компонента;

P – атмосферное давление, кПа;

t – температура воздуха в месте отбора хроматографируемой пробы;

V_2 – объем хлорэтана или хлорметана, взятого для приготовления смеси № 1, см^3.

Для дихлорметана, трихлорметана и тетрахлорметана масса m_i в мг определяется по формуле:

$$m_i = \rho \cdot V_3, \text{ где} \qquad (3)$$

ρ – плотность определяемого компонента, мг/мм^3;

V_3 – объем определяемого компонента, взятого для приготовления смеси № 1, мм^3.

Полученные массовые концентрации приведены в табл. 1. Смесь устойчива в течение 6 ч.

Таблица 1

Смесь № 1

Название вещества	Массовая концентрация, мг/дм^3
Хлорметан	2,25
Хлорэтан	14,4
Дихлорметан	13,4
Трихлорметан	3,0
Тетрахлорметан	3,3

9.4. Установление градуировочной характеристики

9.4.1. Приготовление градуировочных газовоздушных смесей

Готовят пять градуировочных газовоздушных смесей. В вакуумированные газовые пипетки вместимостью 1 дм^3 вносят 1,0; 2;0; 5,0; 10,0; 20,0 см^3 газовоздушной смеси № 1. Массовую концентрацию определяемого компонента, $C_г$, мг/м^3, рассчитывают по формуле:

$$C_г = \frac{C_1 \cdot V_4}{V_5}, \text{ где} \qquad (4)$$

C_1 – массовая концентрация определяемого компонента в смеси № 1, мг/дм^3;

V_4 – объем смеси № 1, взятой для приготовления градуировочной смеси, см^3;

V_5 – объем газовой пипетки, дм^3.

Полученные концентрации представлены в табл. 2—6. Смеси устойчивы в течение 6 ч.

Таблица 2

Смеси для установления градуировочной характеристики при определении хлорметана

№ градуировочной смеси	Объем газовой смеси № 1, $см^3$	Объем воздуха, $см^3$	Массовая концентрация, $мг/м^3$	Содержание вещества в хроматографируемом объеме пробы, мг $\cdot 10^{-3}$
1	1	999	2,25	0,01
2	2	998	4,5	0,02
3	5	995	11,3	0,06
4	10	990	22,5	0,11
5	20	980	45	0,23

Таблица 3

Смеси для установления градуировочной характернстики при определении хлорэтана

№ градуировочной смеси	Объем газовой смеси № 1, $см^3$	Объем воздуха, $см^3$	Массовая концентрация, $мг/м^3$	Содержание вещества в хроматографируемом объеме пробы, мг $\cdot 10^{-3}$
1	1	999	14,4	0,07
2	2	998	28,8	0,14
3	5	995	72,0	0,36
4	10	990	144,0	0,72
5	20	980	288,0	1,44

Таблица 4

Смеси для установления градуировочной характеристики при определении дихлорметана

№ градуировочной смеси	Объем газовой смеси № 1, $см^3$	Объем воздуха, $см^3$	Массовая концентрация, $мг/м^3$	Содержание вещества в хроматографируемом объеме пробы, мг $\cdot 10^{-3}$
1	1	999	13,4	0,067
2	2	998	26,8	0,13
3	5	995	67,0	0,34
4	10	990	134,0	0,67
5	20	980	268,0	1,34

Таблица 5

Смеси для установления градуировочной характеристики при определении трихлорметана

№ градуировочной смеси	Объем газовой смеси № 1, $см^3$	Объем воздуха, $см^3$	Массовая концентрация, $мг/м^3$	Содержание вещества в хроматографируемом объеме пробы, мг $\cdot 10^{-3}$
1	1	999	3,0	0,015
2	2	998	6,0	0,03
3	5	995	15	0,08
4	10	990	30	0,15
5	20	980	60	0,30

Таблица 6

Смеси для установления градуировочной характеристики при определении тетрахлорметана

№ градуировочной смеси	Объем газовой смеси № 1, $см^3$	Объем воздуха, $см^3$	Массовая концентрация, $мг/м^3$	Содержание вещества в хроматографируемом объеме пробы, мг $\cdot 10^{-3}$
1	1	999	3,3	0,016
2	2	998	6,6	0,03
3	5	995	16	0,08
4	10	990	33	0,16
5	20	980	66	0,33

Приготовленные по п. 9.4.1 градуировочные газовоздушные смеси хроматографируют в условиях работы хроматографа п. 9.4.2.

9.4.2. Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб

Температура испарителя	100 °С
Температура детектора	100 °С
Температура термостата колонок	50 °С
Объемный расход газа-носителя	30 $см^3$/мин
Объемный расход водорода	30 $см^3$/мин
Объемный расход воздуха	300 $см^3$/мин
Скорость движения диаграммной ленты	600 мм/ч
Объем вводимой пробы	5,0 $см^3$
Время удерживания хлорметана	45 с
Время удерживания хлорэтана	55 с
Время удерживания дихлорметана	80 с
Время удерживания трихлорметана	140 с
Время удерживания тетрахлорметана	200 с

9.4.3. Вычисление значений градуировочных коэффициентов

На полученных хроматограммах определяют времена удерживания компонентов, измеряют площади пиков.

Рассчитывают значение градуировочных коэффициентов по каждой смеси для каждого компонента по формуле:

$$K_j = \frac{m_j}{S_j}, \text{ где} \qquad (5)$$

S_j – среднее арифметическое значение площадей пиков определяемого компонента, $мм^2$;

m_j – масса определяемого компонента в хроматографируемом объеме пробы, мг, которая определяется по формуле:

$$m_j = \frac{C_V \cdot V_6}{10^6}, \text{ где} \quad (6)$$

V_5 – хроматографируемый объем пробы, см^3;

C_V – массовая концентрация определяемого компонента в градуировочной смеси, мг/м^3.

Рассчитывают среднее арифметическое значение градуировочных коэффициентов по всем смесям по формуле:

$$K = \frac{\sum K_i}{n}, \text{ где} \quad (7)$$

n – число градуировочных смесей.

Градуировку прибора проводят при выполнении каждой новой серии измерений, после поверки или ремонта прибора, один раз в месяц, если методика используется постоянно.

9.5. Отбор пробы воздуха

Воздух с помощью аспиратора пропускают через газовую пипетку вместимостью 200 см^3 с объемным расходом 0,2 дм^3/мин в течение 10 мин.

После отбора пробы газовую пипетку с двух сторон закрывают кранами.

Пробы хранят не более 6 ч.

10. Выполнение измерений

Для анализа с помощью медицинского шприца отбирают 5 см^3 пробы из газовой пипетки и хроматографируют в условиях п. 9.4.2.

Измеряют площади пиков определяемых компонентов. Массу определяемого компонента в хроматографируемом объеме пробы a, мг, вычисляют по формуле

$$a = K \cdot S, \text{ где} \quad (8)$$

K – градуировочный коэффициент определяемого компонента;

S – среднее арифметическое из трех значений площадей пиков определяемого компонента в пробе, мм^2.

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию определяемых компонентов (C, мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot 10^6}{V_n}, \text{ где} \quad (9)$$

a – масса определяемого компонента, найденная в хроматографируемом объеме пробы, мг;

V_n – хроматографируемый объем пробы, приведенной к стандартным условиям, см^3 (прилож. 1);

10^6 – коэффициент пересчета см^3 на м^3.

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа представляют в виде:

$C \pm \Delta C$, мг/м^3, при $P = 0{,}95$; где Δ – характеристика погрешности.

$$\Delta = \frac{\delta \cdot C}{100} \qquad (10)$$

13. Контроль погрешности методики

Таблица 7

Значения характеристики погрешности, норматива оперативного контроля точности и норматива оперативного контроля воспроизводимости

Наименование определяемого компонента и диапазон измеряемых массовых концентраций, мг/м^3	Характеристика погрешности (границы, в которых находится погрешность измерений), $\pm\delta$, %	Норматив оперативного контроля точности, K, % ($P = 0{,}90$ $m = 3$)	Норматив оперативного контроля воспроизводимости, $D_{отн.}$ % ($P = 0{,}95$; $m = 2$)
хлорметан от 2 до 46	23	19	14
хлорэтан от 14 до 288	25	21	15
дихлорметан от 13 до 268	22	18	20
трихлорметан от 3 до 60	22	18	15
тетрахлорметан от 3 до 66	23	19	15

13.1. Общие положения

13.1.1. Перед началом выполнения измерений по настоящей методике каждый аналитик должен показать способность получить результаты с приемлемой воспроизводимостью, выполнив тест, изложенный в п. 13.2. Тест, изложенный в п. 13.2, или отдельные его части выполняются периодически в соответствии с нормативной документацией лаборатории, регламентирующей периодичность и порядок внутреннего оперативного и статистического контроля, а также при появлении сомнительных результатов анализа.

13.1.2. Перед выполнением процедур контроля аналитик должен проанализировать «холостую» пробу чистого воздуха по п. 10, чтобы убедиться в отсутствии помех и загрязнения от аналитической системы,

стеклянного оборудования и реактивов. При появлении загрязнения обнаруживают их источник, поочередно анализируя все реактивы. Анализ «холостой» пробы проводят также при использовании новой партии реагентов.

13.2. Контроль погрешности методики с помощью аттестованных газовоздушных смесей

13.2.1. Алгоритм контроля

Для проведения контроля готовят аттестованные смеси в соответствии с п. 9.3. Расчет аттестованных значений массовых концентраций проводят в соответствии с п. 9.4. Значение относительной погрешности приготовления концентрации каждого из компонентов в аттестованных смесях не превышает:

для хлорметана	± 8,1 %
для хлорэтана	± 7,4 %
для дихлорметана	± 6,3 %
для трихлорметана	± 6,3 %
для тетрахлорметана	± 6,3 %
при доверительной вероятности	0,95.

Проводят измерение массовых концентраций компонентов в аттестованных смесях по п. 10 и вычисляют результаты по формуле (9).

13.2.2. Обработка результатов контроля погрешности МВИ

Рассчитывают среднее значение 2 определений в аттестованной смеси.

$$\bar{C} = \frac{C_1 + C_2}{2}, \qquad (11)$$

Точность считается удовлетворительной, если полученное значение удовлетворяет условию

$$\left| C_0 - \bar{C} \right| \le K, \text{ где} \qquad (12)$$

C_a – аттестованное значение концентрации определяемого компонента;

K – значение норматива контроля точности, которое равно

$K = 0{,}19 \cdot C$ – для хлорметана;

$K = 0{,}21 \cdot C$ – для хлорэтана;

$K = 0{,}18 \cdot C$ – для дихлорметана;

$K = 0{,}18 \cdot C$ – для трихлорметана;

$K = 0{,}19 \cdot C$ – для тетрахлорметана.

13.3. Внутренний оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для оперативного контроля являются реальные пробы воздуха рабочей зоны.

Отобранные пробы анализируют в точном соответствии с прописью методики, получают два результата анализа двумя аналитиками, используют разные шприцы для ввода пробы.

Рассчитывают результат контрольной процедуры $D_к$, равный расхождению двух результатов измерений

$$D_к = |C_1 - C_2|, \text{ где} \qquad (13)$$

C_1 и C_2 – результаты анализа двух проб воздуха, полученные двумя аналитиками.

Сравнивают полученное значение $D_к$ с нормативами контроля воспроизводимости

$D_н = 0{,}14 \cdot C$ – для хлорметана;

$D_н = 0{,}15 \cdot C$ – для хлорэтана;

$D_н = 0{,}20 \cdot C$ – для дихлорметана;

$D_н = 0{,}15 \cdot C$ – для трихлорметана;

$D_н = 0{,}15 \cdot C$ – для тетрахлорметана.

Если выполняется условие: $D_к \leq D_н$, то воспроизводимость измерения считается удовлетворительной.

При превышении норматива контроля воспроизводимости эксперимент повторяют, при повторном превышении указанного норматива выясняют причины и по возможности устраняют их.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из трех проб требуется 2 ч.

Методические указания разработаны: НИЦ «Экос» ЗАО «Алгама», г. Москва (Рыжов В. С.); Аналитическая лаборатория НИЦ ОАО «Химпром», г. Новочебоксарск (Уткина Т. А., Дмитриева З. Г.).

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.1922—4.1.1934—04

Выпуск 47

Редакторы Кучурова Л. С., Глазкова М. Ф., Максакова Л. И.
Технический редактор Смирнов В.В.
Верстка Ломанова Е. В.

Подписано в печать 11.02.05

Формат 60x88/16 Печ. л. 8,0
Тираж 1000 экз. Заказ 6994

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати Издательским отделом
Федерального центра госсанэпиднадзора Минздрава России
113105, Москва, Варшавское ш., д. 19а

Отпечатано в филиале Государственного
ордена Октябрьской революции, ордена Трудового Красного Знамени
Московского предприятия «Первая образцовая типография»
Федерального агенства по печати,
и массовым коммуникациям
115114, г. Москва, Шлюзовая наб., 10. Тел. 235-20-30

gost.e-ecolog.ru