Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.2441—4.1.2449—09

Выпуск 50

Издание официальное

Москва
2009

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 4.1.2441—4.1.2449—09

Выпуск 50

ББК 51.21
И37
И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний. Вып. 50. —М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—105 с.

ISBN 978—5—7508—0861—8

1. Подготовлены коллективом авторов ГУ Научно-исследовательского института медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьёва, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Г. Ф. Громова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 25 декабря 2008 г.).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 27 января 2009 г.

4. Введены в действие с19 апреля 2009 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены
и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

Содержание

1. Измерение массовых концентраций [1,1′-бифенил]-4-ил-2-метилпроп-2-еноата (дифенилметакрилата) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2441—09..... 6

2. Измерение массовых концентраций N,N-диметилпропан-1,3-диамина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом: МУК 4.1.2442—09 18

3. Измерение массовых концентраций 4-{N-[2-(имидазол-4-ил)этил]карбамоил} масляной кислоты (ВИТАГЛУТАМ, гистаминглутаровая кислота) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2443—09 30

4. Измерение массовых концентраций циклического (L-лейцил-D-фенилаланил-L-пролил-L-валил-L-орнитил-L-лейцил-D-фен)дихлоргидрата (ГРАМИЦИДИНА С ДИГИДРОХЛОРИД, грамицидин С) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2444—09 41

5. Измерение массовых концентраций (6R-транс)-3-[[(5-метил-1,3,4-тиадиазол-2-ил)тио]метил]-8-оксо-7-[(1Н-тетразол-1-илацетил)амино]-5-тиа-1азабицикло[4.2.0]окт-2-ен-карбоновой кислоты мононатриевой соли (ЦЕФАЗОЛИНА НАТРИЕВАЯ СОЛЬ, цефазолин, цефезол, кефзол) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2445—09 52

6. Измерение массовых концентраций 2,3,5,6-тетрафлуоро-4-метоксиметилбензил (EZ)-(1RS, 3RS; 1RS, 3RS) -2,2-диметил-3-(проп-1-енил циклопропанкарбоксилата (метофлутрина) в воздухе рабочей зоны спектрофо-тометрическим методом: МУК 4.1.2446—09 64

7. Измерение массовых концентрации 2,3,5,6-тетрафлуоробензил(1R, 3RS)-3-(2,2-дихлорвинил)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилата (трансфлутрин, байотрин, бенфлутрин) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2447—09 74

8. Измерение массовых концентраций 4-хлорфенил-2-метилпроп-2-еноата (пара-хлорфенилметакрилата) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2448—09..... 84

9. Измерение массовых концентраций 5-нитро-8-хинолинол (нитроксолин) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2449—09 94

Приложение 1 Приведение объёма воздуха к стандартным условиям 103

Приложение 2 Коэффициенты для приведения объёма воздуха к стандартным условиям 104

Приложение 3 Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ 105

Введение

Сборник методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 50) разработан с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочным безопасным уровням воздействия (ОБУВ) и является обязательным при осуществлении санитарного контроля.

Включенные в данный сборник методические указания по контролю вредных веществ в воздухе рабочей зоны разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений», ГОСТ Р ИСО 5725-(части 1—6) «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Методики выполнены с использованием современных методов исследования, метрологически аттестованы и дают возможность контролировать концентрации химических веществ на уровне и ниже их ПДК и ОБУВ в воздухе рабочей зоны, установленных в гигиенических нормативах ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и ГН 2.2.5.2308—07 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и дополнениях к ним.

Методические указания по измерению массовых концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для лабораторий «ФГУЗ ЦГ и Э», санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов и других заинтересованных министерств и ведомств.

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации,
Г. Г. Онищенко
27 января 2009 г.
Дата введения: с 19 апреля 2009 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций N,N- диметилпропан-1,3-диамина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом

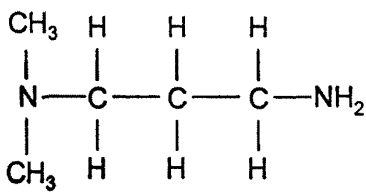
Методические указания
МУК 4.1.2442—09

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем N,N-диметилпропан-1,3-диамина в диапазоне массовых концентраций от 1 до 40 мг/м³ фотометрическим методом с погрешностью ± 25 %.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула: $C_5H_{14}N_2$
2.3. Молекулярная масса: 102,18
2.4. Регистрационный номер CAS N,N-диметилпропан-1,3-диамин 109-55-7

2.5. Физико-химические свойства

N,N-диметилпропан-1,3-диамин – соломенно-желтая жидкость с аммиачным запахом; температура кипения 145 °С, обладает щелочными свойствами, хорошо растворим в воде. В воздухе находится в виде паров.

2.6. Токсикологическая характеристика

Обладает раздражающим действием верхних дыхательных путей, глаз, кожи. Длительное воздействие может привести к аллергическим реакциям.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) N,N-диметилпропан-1,3-диамина в воздухе рабочей зоны 2 мг/м³. Класс опасности – 3.

3. Метрологические характеристики

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа N,N-диметилпропан-1,3-диамина с погрешностями, не превышающими значений, приведенных в табл. 1

Таблица 1

Приписанные характеристики погрешности МВИ и её составляющих при доверительной вероятности 0,95

Диапазон измеряемых массовых концентраций N,N-диметилпропан-1,3-диамина, мг/м³	Показатель повторяемости (среднего квадратического отклонения повторяемости), $\sigma_r(\Delta)$, % отн.	Показатель воспроизводимости (среднего квадратического отклонения воспроизводимости), $s_R(\Delta)$, % отн.	Показатель правильности (границы, в которых находится неисключенная систематическая погрешность методики), $\pm\Delta$, % отн.	Показатель точности (P = 0,95), $\pm\Delta$ % отн.
От 1,0 до 40,0	7,1	9,0	18,0	25,0

4. Метод измерения

Измерение массовой концентрации N,N-диметилпропан-1,3-диамина выполняют методом фотометрии.

Метод определения основан на цветной реакции N,N-диметилпропан-1,3-диамина с 2,4-динитрохлорбензолом.

Нижний предел измерения содержания N,N-диметилпропан-1,3-диамина в анализируемом объеме пробы – 1 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации N,N-диметилпропан-1,3-диамина в воздухе – 1 мг/м³ при отборе 2,0 дм³ воздуха.

Отбор проб проводят с концентрированием в поглотительный прибор, содержащий 0,01Н раствор соляной кислоты.

Метод селективен в условиях производства пенополиуретанов. Определению не мешают триэтилендиамин, бис(2-диметиламиноэтиловый) эфир, толуилендиизоцианат.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы, материалы, растворы

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства

5.1.1. Фотоэлектроколориметр КФК 2, номер Гос. реестра 2578—92	ТУ 3-3.1860—85
5.1.2. Весы лабораторные любого типа, класс точности специальный, дискретность 0,1 мг, НПВ 210 г, НмПВ 0,01 г	ГОСТ 24104—2001
5.1.3. Секундомер, номер Гос. реестра 11519—06	ТУ 25-1894.003—90
5.1.4. Колбы мерные 2-50-2	ГОСТ 1770—74
5.1.5. Пробирки П-2-10-14/23 ХС	ГОСТ 1770—74
5.1.6. Пипетки 1-1-2-1; 1-1-2-2; 1-1-2-10	ГОСТ 29227—91
5.1.7. Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797—75
5.1.8. Термоблок, модель 4020 ЭК 4М. 000. 000	
5.1.9. Поглотительные приборы с пористой пластинкой	ТУ 25-11-1081—75
5.1.10. Аспиратор для отбора проб воздуха Номер Гос. Реестра ФС 02012005/2013—05	ТУ 9443-043-07618 878—2005

5.2. Реактивы

5.2.1. N,N-диметилпропан-1,3-диамин с содержанием основного вещества 97 %, импортный фирма Fluka

5.2.2. 2,4-Динитрохлорбензол с содержанием основного вещества 98 %, импортный, 5 %-й спиртовый раствор	
5.2.3. Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
5.2.4. Спирт этиловый ректификованный	ГОСТ Р 51652—2000
5.2.5. Кислота соляная, х. ч., 5 %-й раствор и 0,01 Н (фиксанал)	ГОСТ 3118—77
5.2.6. Динатрий карбонат безводный, х. ч., 8 %-й раствор	ГОСТ 83—79
5.2.7. Ацетон, осч 9-5	ТУ 2633-039-44493-179—00

Примечание. Допускается применение других средств измерений, реактивов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

6. Требования безопасности

6.1. При выполнении измерений соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007—76.

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 использованием фотоэлектроколориметра соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

6.4. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.513 13—01 и ГН 2.2.5.2308—07.

6.5. Необходимо провести обучение работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004—90.

7. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускают лиц с высшим или средним специальным образованием, прошедших соответствующую подготовку и имеющих навыки работы на фотоэлектроколориметре, освоивших нормативы контроля при проведении процедур контроля погрешности анализа.

8. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

8.1. Процедуры приготовления растворов и подготовку проб проводят при температуре окружающего воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении в диапазоне 84—106 кПа и относительной влажности воздуха не более 80 %.

8.2. Выполнение измерений на фотоэлектроколориметре проводят в условиях, рекомендуемых в технической документации на прибор.

9. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовка прибора, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Основной стандартный раствор N,N-диметилпропан-1,3-диамина № 1. В предварительно взвешенную с погрешностью ± 0,0001 г мерную колбу вместимостью 50 см³ с 3—5 см³ 0,01Н раствора соляной кислоты добавляют 2—3 капли N,N-диметилпропан-1,3-диамина и снова взвешивают. Объем раствора в мерной колбе доводят до метки 0,01Н раствором соляной кислоты. Рассчитывают содержание вещества в мг/см³ по формуле:

$$X = \frac{m \cdot 10^3 \cdot k}{V}, \text{ где}$$

m – масса навески N,N-диметилпропан-1,3-диамина, г;
10^3 – коэффициент пересчета с г на мг;
k – содержание основного вещества в образце (0,97);
V – объем мерной колбы, см³;

Раствор устойчив в течение 30 сут.

9.1.2. Стандартный раствор N,N-диметилпропан-1,3-диамина № 2, 20 мкг/см³. Готовят разбавлением 0,01Н раствором соляной кислоты стандартного раствора № 1 в колбе вместимостью 50 см³. Раствор устойчив 30 сут.

9.1.3. 5 %-й спиртовый раствор 2,4-динитрохлорбензола готовят растворением 0,5 ± 0,0001 г вещества в 12 см³ этилового спирта при нагреве до 60—70 °С. Применяют свежеприготовленный раствор.

9.1.4. 5 %-й раствор соляной кислоты готовят разбавлением 116 см³ соляной кислоты с плотностью 1,19 г/см³ до 1 дм³ дистиллированной водой.

9.1.5. Для приготовления 8 %-го раствора динатрия карбоната 8,0 ± 0,0001 г вещества растворяют в 92 см³ дистиллированной воды.

9.2. Подготовка прибора

Подготовку фотоэлектроколориметра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.3. Установление и контроль стабильности градуировочной характеристики

9.3.1. Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности раствора от содержания амина, устанавливают по шести сериям растворов для градуировки.

Каждую серию, состоящую из семи градуировочных растворов, готовят в мерных пробирках вместимостью 10 см³ и с применением пипеток вместимостью 1 и 2 см³ в соответствии с табл. 2.

В каждую пробирку вносят 0,2 см³ 8 %-го раствора динатрий карбоната, 0,2 см³ 5 %-го спиртового раствора 2,4-динитрохлорбензола, реакционную смесь нагревают 15 мин при 100 °С, охлаждают, вносят 0,5 см³ 5 %-го раствора соляной кислоты, до 8 см³ доводят ацетоном.

Окрашенные в желтый цвет растворы фотометрируют в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм при длине волны 400 нм относительно раствора сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробам, но без добавления определяемого вещества. Окрашенные растворы устойчивы в течение суток.

По полученным данным определяют градуировочную характеристику и строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс - соответствующее им содержание N,N-диметилпропан-1,3-диамина в градуировочном растворе (мкг).

9.3.2. Контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляют путем сравнения данных о содержании N, N- диметилпропан-1,3-диамина, полученных с помощью градуировочной характеристики, с реальным содержанием амина в контрольном растворе.

Для контроля стабильности градуировочной характеристики готовят 3 контрольных раствора массой N,N-диметилпропан-1,3-диамина, относящейся к началу, середине и концу градуировочной характеристики.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении N,N- диметилпропан-1,3-диамина

№ раствора для градуировки	Объём рабочего стандартного раствора N,N- диметилпропан-1,3-диамина № 2 с массовой концентрацией20 мкг/см^3, см^3	Объем 0,01 Н раствора соляной кислоты, см^3	Содержание N,N-диметилпропан-1,3-диамина в градуировочном растворе, мкг
1	0,0	2,0	0,0
2	0,05	1,95	1,0
3	0,1	1,90	2,0
4	0,25	1,75	5,0
5	0,5	1,50	10,0
6	1,0	1,00	20,0
7	2,0	0,00	40,0

Проводят измерение массы N,N-диметилпропан-1,3-диамина с помощью градуировочной характеристики. Измеренное таким образом значение массы сравнивают с реальным значением массы N,N-диметилпропан-1,3-диамина в контрольном растворе.

Стабильность градуировочной характеристики считают удовлетворительной, если для каждой контрольной точки выполняется следующее неравенство:

$$\frac{m_r - m_{гр.}}{m_r} \le K_c \text{, где}$$

m_r – реальная масса N,N-диметилпропан-1,3-диамина в контрольном растворе по процедуре приготовления, мкг;

$m_{гр.}$ – масса N,N-диметилпропан-1,3-диамина, полученная с помощью градуировочной характеристики;

K_c – норматив контроля стабильности градуировочной характеристики: K_c= 15 % отн.

Контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляется не реже одного раза в 3 мес. или в случае смены реактивов, оборудования и после ремонта или поверки приборов. Градуировочная характеристика считается стабильной, если отклонение не превышает ± $K_д$. Если условие не выполняется, эксперимент повторяют. Если результат повторного сравнения неудовлетворительный, то выясняют причины, приводящие к получению неудовлетворительных результатов контроля, и устраняют их. В случае невозможности устранения причин, приводящих к превышению норматива градуировочной характеристики, градуировочную характеристику строят вновь.

9.4. Отбор пробы воздуха

Отбор проб следует проводить с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 и Руководства Р 2.2.2006—05 (приложение 9 обязательное) «Общие методические требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны», п. 2 «Контроль соответствия максимальным ПДК».

Воздух с объемным расходом 0,5 дм³/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных прибора с пористой пластикой, содержащих по 2 см³ 0,01 Н раствора соляной кислоты.

Для измерения массовых концентраций N,N-диметилпропан-1,3-диамина на уровне ½ ПДК необходимо отобрать 2,0 дм³ воздуха. Отобранные пробы сохраняются в холодильнике в течение 5 ч.

10. Выполнение измерений

Содержимое поглотительных приборов сливают в пробирку, доводят 0,01Н соляной кислотой объем раствора в пробирке до 4 см3. На анализ отбирают 2 см3 пробы, вносят 0,2 см3 5 % спиртового раствора 2,4-динитрохлорбензола. Затем реакционную смесь нагревают 15 мин при 1000С, охлаждают, добавляют 0,5 см3 5 %-ной соляной кислоты, до 8 см3 доводят ацетоном и фотометрируют в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм при длине волны 400 нм относительно раствора сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробам.

11. Вычисление результатов измерения

Массовую концентрацию N,N-диметилпропан-1,3-диамина (С в мг/м³) в воздухе рабочей зоны вычисляют по формуле:

$$C = \frac{а \cdot в}{б \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

а – содержание N,N-диметилпропан-1,3-диамина в анализируемом объеме раствора, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

б – объем пробы, взятый для анализа, см³;

в – общий объем анализируемого раствора, см³;

V_{20} – объем воздуха, отобранный для анализа (дм³), и приведенный к стандартным условиям (прилож. 1).

12. Оформление результатов анализа

За результат анализа (С) принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, если выполняется следующее неравенство:

$$\frac{x_{max} - x_{min}}{C} \cdot 100 \le r, \text{ где}$$

x_{max}, x_{min} – максимальный и минимальный результат параллельных определений;

С – среднее арифметическое результатов параллельных определений, $C = \frac{x_{max} - x_{min}}{2}$;

r – предел повторяемости (допускаемое расхождение между результатами параллельных определений).

Значение предела повторяемости представлено в табл. 3.

Результат количественного химического анализа представляют в виде:

$$(C \pm \Delta_{абс.}), \text{ мг/м}^3, \text{ при } P = 0{,}95, \text{ где}$$

$\Delta_{абс.}$ – абсолютная приписанная характеристика погрешности, $\Delta_{абс.} = \frac{\Delta}{100} \cdot C$;

Δ – приписанная характеристика погрешности (табл. 3);

При превышении предела повторяемости определения повторяют. При повторном превышении указанного норматива анализ прекращают до выяснения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам контроля, и устранения их.

В случае, если массовая концентрация N,N-диметилпропан-1,3-диамина в воздухе рабочей зоны ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следую-

Таблица 3

Диапазон измерений значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности 0,95

Диапазон измеряемых массовых концентраций N,N-диметилпропан-1,3-диамин, мг/м³	Предел повторяемости для двух результатов параллельных определений, r, % отн.	Предел воспроизводимости, (для двух результатов анализа) R, % отн.
От 1 до 40	20	25

щую запись в журнале: «Массовая концентрация N,N-диметилпропан-1,3-диамина в воздухе рабочей зоны менее 1 мг/м³ (более 40 мг/м³)».

13. Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов анализа включает:

• оперативный контроль процедуры анализа на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры;

• контроль стабильности результатов измерений – на основе контроля стабильности среднего квадратического отклонения повторяемости, среднего квадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности и погрешности.

Периодичность контроля анализа, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа устанавливают в Руководстве по качеству лаборатории в соответствии с РМГ 76—2004 и ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

13.1. Контроль внутрилабораторной прецизионности

Для контроля внутрилабораторной прецизионности используют рабочие пробы. Получают два результата анализа, максимально варьируя условия проведения, т. е. разными исполнителями, с использованием разных наборов мерной посуды, разных партий реактивов.

Внутрилабораторную прецизионность результатов измерений считают удовлетворительной, если расхождение между результатами анализа, полученными в лаборатории, не превышает предела внутрилабораторной прецизионности $R_л = 0{,}84\ R$.

$$C_{max} - C_{min} \le \left| \frac{C_{max} + C_{min}}{200} \right| \cdot R \text{, где}$$

C_{max}, C_{min} – максимальный и минимальный результат анализа при контроле воспроизводимости;
$(C_{max} - C_{min})$ – фактическое расхождение между результатами;
R – предел воспроизводимости, приведенный в табл. 3.

При удовлетворительной внутрилабораторной прецизионности приемлемы оба результата анализа, а в качестве окончательного может быть использовано их среднее арифметическое значение.

При превышении предела внутрилабораторной прецизионности R_1 могут быть использованы методы оценки при-емлемости результатов анализа согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

13.2. Оперативный контроль погрешности

Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха. Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему отобранного воздуха, необходимому для проведения анализа по методике. После отбора пробу делят на две равные части, первую анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы – C_1. Вторую часть разбавляют в два раза и снова делят на две равные части, одну из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза – C_2. Во вторую часть дают добавку анализируемого компонента (х) до массовой концентрации исходной рабочей пробы (C_1) (общая концентрация не должна превышать верхнюю границу диапазона измерений) и анализируют по прописи методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой – C_3. Все результаты получают в одинаковых условиях.

Решение об удовлетворительной точности принимают при условии:

$$C_3 + C_2 - C_1 - x \le \frac{K}{100} \cdot C_{ср.}, \text{ где}$$

$$C_{ср.} = \frac{C_1 + C_2}{2};$$

C_1 – результат анализа рабочей пробы;
C_2 – результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза;
C_3 – результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза с добавкой;
х – величина добавки;

К – норматив оперативного контроля точности.

Норматив оперативного контроля точности рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_л \cdot \sqrt{3}, \text{ где}$$

$\Delta_л$ = 0,84Δ (Δ указана в табл. 1) или устанавливается в лаборатории в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-6—2002.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 10 проб требуется – 1 ч.

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны
Сборник методических указаний
МУК 4.1.2441—4.1.2449—09
Выпуск 50

Технический редактор А. А. Григорьев

Подписано в печать 19.11.09

Формат 60×88/16 Печ. л. 6,75
Тираж 500 экз. Заказ 748

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей
и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а

Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

gost.e-ecolog.ru