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

4.1. МЕТОДЫ КОНТОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.2243—4.1.2259—07

Выпуск 49

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—224 с.

1. Подготовлены: ГУ НИИ медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьёва, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Н. Л. Гришечко, 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 № 2 от 21.06.2007).

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

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 19.11.09

Формат 60x88/16 Печ. л. 14,0

Тираж 500 экз. Заказ

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

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

Содержание

Введение 5
Измерение массовых концентраций бенз(а)пирена в воздухе рабочей зоны спектрально-флуоресцентным методом: МУК 4.1.2243—07 6
Измерение массовых концентраций 2-бензил-4-хлорфенола (БХФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2244—07 30
Измерение массовых концентраций 2-[4-(1,3-бензодиоксол-5-илметил)-1-пиперазинил]пиримидина (ПИРИБЕДИЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2245—07 43
Измерение массовых концентраций 3-[3-(1,1'-бифенил)-4-ил-1,2,3,4-тетрагидро-1-нафталенил]-4-гидрокси-Н-1-бензопиран-2-она (дифенакум) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии(ВЭЖХ): МУК 4.1.2246—07 53
Измерение массовых концентраций N-[[(гексагидроциклопента[с]пиррол-2(1Н)-ил)амино]карбонил]-4-метилбензенсульфонамида (ГЛИКЛАЗИД) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2247—07 63
Измерение массовых концентраций 3-(аминосульфонил)-4-хлор-N-(2,3-дигидро-2-метил-1Н-индол-1-ил)бензамида (ИНДАПАМИД) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2248—07 74
Измерение массовых концентраций 2-фенилфенола (4-фенилгидроксибензола, орто-фенилфенола, ФФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2249—07 84
Измерение массовых концентраций (±)-цис-1-Ацетил-4-[4-[[2-(2,4-дихлорфенил)-2-(1Н-имидазол-1-илметил)-1,3-диоксолан-4-ил]метокси]фенил]пиперазина (КЕТОКОНАЗОЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2250—07 97
Измерение массовых концентраций тетракарбонила никеля (ТКН) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2251—07 112
Измерение массовых концентраций суммы стероидных сапонинов Юкки Шидигера в воздухе рабочей зоны методом хромато-масс-спектрометрии: МУК 4.1.2252—07 130
Измерение массовых концентраций (±)-N-метил-гамма-[4-(трифторметил) фенокси] бензолпропанамина гидрохлорида (флуоксетин) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2253—07 146

Измерение массовых концентраций поли-1,4β-О-ацетатбутаноат-Д-пиранозил-Д-глюкопиранозы (АЦЕТОБУТИРАТ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ) спектрофотометрическим методом в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2254—07 156

Измерение массовых концентраций N-[2-[(2,6-диметилфенил)амино]-2-оксоэтил]-N,N-диэтил-бензолметанаминийбензоата (бензилдиэтил ((2,6-ксилилкарбомоил)-метил)аммоний бензоата, денатония бензоата, битрекса) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2255—07 166

Измерение массовых концентраций диметилсульфоксида (ДМСО) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2256—07 179

Измерение массовых концентраций 2-(диметиламино)этанола (N,N-диметилэтаноламина), 1,4-диазабицикло [2,2,2]октана (триэтилендиамина) и 2-аминоэтанола (этаноламина) при совместном присутствии их в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом: МУК 4.1.2257—07 190

Измерение массовых концентраций ди-(2-гидроксиэтил)-амина (диэтаноламина) методом газовой хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2258—07 205

Измерение массовых концентраций 3-изотиоцианатпроп-1ена (2-пропенилизотиоцианат, горчичное масло) методом спектрофотометрии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2259—07 215

Введение

Сборник Методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 49) 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 измерениий», 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 2.2.5.1314-03 «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 центров Госсанэпиднадзора, 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
17 августа 2007 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций диметилсульфоксида (ДМСО) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии

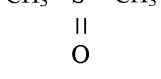
Методические указания
МУК 4.1.2256—07

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем диметилсульфоксида (ДМСО) методом газовой хроматографии в диапазоне массовых концентраций 5,0—50,0 мг/м^3

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула C_2H_6OS

2.3. Молекулярная масса 78,13

2.4. Регистрационный номер CAS 67-68-5

2.5. *Физико-химические свойства*: ДМСО представляет собой прозрачную маслянистую бесцветную жидкость $T_{кип}$ 189 °С; $T_{пл}$ 18,45 °С. Плотность 1,100 г/см^3 при 20 °С. Растворим в воде, этаноле, эфирах и

ряде других органических растворителей. Гигроскопичен, стоек к действию щелочей. При окислении образует диметилсульфон.

Агрегатное состояние в воздухе – пары и аэрозоль.

2.6. *Токсикологическая характеристика*: Малотоксичен. В картине отравления (большими дозами) преобладают явления угнетения центральной нервной системы. Вызывает гемолиз и гемоглобинурию. Способен проникать через все биологические барьеры; усиливает проникновение через них других химических и лекарственных веществ. Класс опасности четвертый.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) ДМСО в воздухе рабочей зоны –20 мг/м^3.

3. Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности P = 0,95, не превышают значений, приведенных в табл. 1, для соответствующего диапазона измерений.

Таблица 1

Диапазон измерений, значения показателей точности, правильности и повторяемости

Диапазон измерений массовых концентраций ДМСО в воздухе рабочей зоны, мг/м^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σr %	Показатель правильности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ± δc, %	Показатель точности (границы относительной погрешности при вероятности P=0,95), ±δ, %	Предел повторяемости, r, % n = 2 P = 0,95
От 5 до 50 вкл	7,5	20	25	21

Значения показателей точности методики используют при: оформлении результатов, выдаваемых лабораторией оценке деятельности лаборатории на качество проведения испытаний; оценке возможности использования результатов при реализации методики в конкретной лаборатории.

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации ДМСО в воздухе рабочей зоны выполняют газохроматографическим методом с использованием пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб воздуха осуществляется с концентрированием на фильтр АФА-ХА-10 и в дистиллированную воду.

Нижний предел измерения содержания ДМСО в хроматографируемом объеме пробы – 0,005 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации ДМСО в воздухе – 10 мг/ м^3 при отборе 7,5 дм^3 воздуха.

Метод селективен для производства синтетических волокон в присутствии сопутствующих веществ. Определению не мешают диметилформамид, диметилацетамид, нитрил акриловой кислоты, метиловый эфир акриловой кислоты.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы реактивы

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Газовый хроматограф, модель «Кристалл 2000 М» с пламенно-ионизационным детектором (ДИП), и с программно-аппаратурным комплексом для приема и обработки хроматографических пиков «Хроматэк аналитика».	
Колонка капиллярная длиной 25 м с внутренним диаметром 0,25 мм, толщиной неподвижной фазы 0,25 мкм. Неподвижная фаза – ПЭГ 20М (ZBWAX), фирма Zebron, США	
Аспиратор для отбора проб воздуха модель 822. Предел основной относительной погрешности ±5 %.	ТУ 64-1-862—82
Весы лабораторные ВЛР – 200 с наибольшим пределом взвешивания 200 г.	ГОСТ 24104—2001
Гири. Набор (1—100) г	ГОСТ 7328—2001
Микрошприц МШ-10, погрешность 1 %.	ТУ 2.833.106
Термометр лабораторный, ТЛ-2 (0-55) °С, цена деления 0,1 °С	ГОСТ 29224—91
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797—95
Колба мерная 2-50-2	ГОСТ 1770—74
Колба мерная 2-100-2	ГОСТ I770—74
Пипетка градуированная 1(2,3)-1-2-1	ГОСТ 29227—91
Пипетка градуированная 1(2,3)-1-2-2	ГОСТ 29227—91
Пипетка градуированная 1(2,3)-2-2-5	ГОСТ 29227—91

Пипетка градуированная 1(2,3)-1-2-10	ГОСТ 29227—91
Поглотительные приборы с пористой пластинкой	ТУ 25.11-1136—75
Стакан В-1-50-ТС	ГОСТ 23336—82
Фильтры АФА-ХА-10	ТУ 95-1892—89
Фильтродержатель ИРА-10	ТУ 95.72.05—77

5.2. Реактивы

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Диметилсульфоксид хч, содержание основного вещества не менее 99,5 %	ТУ 6-09-5109—83
Газ-носитель – азот из баллона	ГОСТ 9293—74
Водород технический, марка Б	ГОСТ 3022—80
Сжатый воздух для питания детектора	ГОСТ 17433—80

Допускается применение иных средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов, обеспечивающих показатели точности, установленные для данной МВИ.

6. Требования безопасности

6.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с токсическими, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005—88.

6.2. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа необходимо соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

6.3. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90.

6.4. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15Мра (150 кгС/см^3) необходимо соблюдать «Правила устройства и безо-пасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением» (Утверждены постановлением Госгортехнадзора России № 91 от 11.06.2003 и ГОСТ 12.2.085—2002). Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

7. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, имеющих химическое образование или опыт работы в химической лаборатории, изучивших методику выполнения измерений и владеющих

техникой работы на используемых при этом средствах измерений и оборудовании.

8. Условия измерений

8.1. При проведении измерений в лаборатории должны быть выполнены следующие условия:

- температура окружающего воздуха (20 ± 5) °С;
- относительная влажность не более 80 % при температуре воздуха 25 °;
- атмосферное давление (84-106) кПа.

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: приготовление растворов, подготовку измерительной аппаратуры, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Приготовление основного стандартного раствора № 1 ДМСО в дистиллированной воде.

Основной стандартный раствор № 1 ДМСО готовят весовым методом. Взвешивают мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ с 10 $см^3$ дистиллированной воды, вносят несколько капель ДМСО и снова взвешивают. По разности результатов взвешивания определяют навеску вещества Q, мкг. Раствор доводят до метки дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение 1 месяца.

9.1.2. Рабочий стандартный раствор № 2 ДМСО с массовой концентрацией 50 мкг/$см^3$ готовят разбавлением X $см^3$ основного стандартного раствора №1 дистиллированной водой в колбе вместимостью 100 $см^3$. Величину X вычисляют по формуле:

$$X = C_2 \cdot V_1 \cdot V_2 / Q, \text{ где}$$

V_1 – объем колбы с основным стандартным раствором № 1, $см^3$;

V_2 – объем колбы с рабочим стандартным раствором № 2, $см^3$;

C_2 – концентрация рабочего стандартного раствора № 2, мкг/$см^3$;

Q – навеска ДМСО в основном стандартном растворе № 1, мкг.

Раствор устойчив в течение 1 недели в холодильнике.

9.1.3. Градуировочные растворы ДМСО в дистиллированной воде с концентрацией от 5 до 50 мкг/$см^3$ готовят соответствующим разбавле-

нием рабочего стандартного раствора № 2 в мерных колбах вместимостью 25 см ^{3}.

9.2. Подготовка прибора

Хроматограф и хроматографическую колонку готовят к работе согласно инструкции, прилагаемой к прибору.

9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика от концентрации ДМСО устанавливают методом абсолютной градуировки по серии растворов. Серию, состоящую из пяти градуировочных растворов и холостой пробы, готовят в мерных колбах вместимостью 25 см^3. Для этого в соответствии с таблицей № 2 в каждую колбу вносят соответствующий объем рабочего стандартного раствора № 2 с концентрацией ДМСО 50 мкг/см^3 и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

Градуировочные растворы устойчивы в течение 1 дня.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении ДМСО

№ градуировочного раствора	Объем рабочего стандартного раствора ДМСО № 2 с массовой конц. 50 мкг/см^3, см ^{3}	Объем дистиллированной воды, см ^{3}	Массовая концентрация градуировочного раствора, ДМСО, мкг/см^3	Содержание ДМСО в хроматографируемом объеме раствора, мкг
1	0	25,0	0	0
2	2,5	22,5	5	0,005
3	5,0	20,0	10	0,010
4	10,0	15,0	20	0,020
5	20,0	5,0	40	0,040
6	25,0	0,0	50	0,050

Для построения градуировочной характеристики по 1 мм^3 каждого раствора вводят с помощью шприца в хроматограф.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

Температура, °С: колонки 140
испарителя 200
детектора 150

Расход, азота, $см^3$/мин	30
деление потока газа-носителя	1 : 20
Расход, $см^3$/мин	
водорода	20
воздуха	200
Объём анализируемой пробы, $мм^3$	1
Время удерживания ДМСО, мин	5,72

По полученным данным строят градуировочную характеристику, откладывая по оси абсцисс массовую концентрацию ДМСО в мкг/$см^3$, по оси ординат – соответствующие ей значения площади пика ДМСО $см^2$. Градуировочную характеристику проверяют один раз в смену, а также после замены узлов хроматографа. Для этого в хроматограф вводят пробу градуировочного раствора с минимальной концентрацией ДМСО и выполняют измерения в точном соответствии с прописью методики. Относительное допускаемое расхождение максимального и минимального значений площадей пиков определяемого компонента (ДМСО) составляет 10 %.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки с минимальной массовой концентрацией определеяемого компонента (ДМСО) следующего условия: $X - X_a \leq \Delta_{гр}$, где

X – результат контрольного измерения массовой концентрации ДМСО в образце для градуировки, мкг/$см^3$;

X_a – аттестованное значение массовой концентрации ДМСО в образце для градуировки, мкг/$см^3$;

$\Delta_{гр} = 0{,}10 \cdot X_a$ – рекомендуемое значение погрешности установления градуировочной характеристики. При реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории значение $\Delta_{гр}$ целесообразно оценить по результатам экспериментальных данных, полученных с использованием конкретного экземпляра средства измерений.

При невыполнении этого условия прибор переградуируют.

9.4. Отбор проб воздуха

Отбор проб следует проводить с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и Руководства Р 2.2.2006—05 (прилож. 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 2 дм^3/мин аспирируют через последовательно соединенные фильтродержатель с фильтром АФА-ХА-10 и два поглотителя с пористой пластинкой, содержащие по 5 см^3 дистиллированной воды. Для измерения 0,5 ПДК ДМСО следует отобрать 7,5 дм^3 воздуха. Срок хранения отобранных проб одни сутки в холодильнике.

10. Выполнение измерения

После отбора пробы фильтр с отобранной пробой помещают в химический стакан, заливают содержимым поглотительных приборов и оставляют на 15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Фильтр отжимают, раствор переносят в стакан. Затем фильтр повторно обрабатывают 5 см^3 дистиллированной воды. Экстракты объединяют. Степень десорбции с фильтра – 98 %.

1 мм^3 полученного экстракта вводят в хроматограф микрошприцем через самоуплотняющуюся мембрану. Записывают хроматограмму пробы в условиях п. 9.3.

По полученным значениям площадей пиков ДМСО по градуировочной характеристике находят массовую концентрацию ДМСО в экстракте пробы в мкг/см^3. Проводят два параллельных определения раствора пробы. Результаты измерения следует выражать тремя значащими цифрами.

Если концентрация ДМСО в растворе пробы превышает 50 мкг/см^3 (50 мг/м^3 в воздухе), то его разбавляют таким образом, чтобы концентрация разбавленного раствора была в пределах от 5 до 50 мкг/см^3.

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию ДМСО в воздухе рабочей зоны С (мг/м^3) вычисляют по формуле

$$C = \frac{a \cdot B}{V_{20}}, \text{ где}$$

a – массовая концентрация ДМСО в растворе пробы, найденная по градуировочной характеристике, мкг/см^3;

B – общий объем раствора пробы, см^3;

V_{20} – объем воздуха, отбораный для анализа и приведенный к стандартным условиям, дм^3, (см. прилож. 1).

За результат анализа (C) принимают среднее арифметическое значение двух результатов параллельных определений (C_1 и C_2), расхождения между которыми не должно превышать предела повторяемости. Значения предела повторяемости (r) для двух результатов параллельных определений приведены в табл. 3.

При превышении предела повторяемости (r) необходимо дополнительно получить еще один результат определения. Если при этом размах ($C_{max} - C_{min}$) трех результатов параллельных определений равен или меньше значения критического диапазона $CR_{0,95}(3)$, то в качестве окончательного результата принимают среднее арифметическое значение трех результатов параллельных определений. Значения критического диапазона $CR_{0,95}(3)$ для трех результатов параллельных определений приведены в табл. 3.

Если размах ($C_{max} - C_{min}$) больше значения критического диапазона $CR_{0,95}(3)$, то в качестве окончательного результата может быть принята медиана трех результатов определений. Кроме того, целесообразно выяснить причины появления неприемлемых результатов параллельных определений.

Таблица 3

Значения предела повторяемости и критического диапазона при доверительной вероятности P = 0,95

Диапазон измерений, мг/м^3	Предел повторяемости (допускаемые расхождения между двумя результатами параллельных определений), r, %	Критический диапазон (допускаемые расхождения трех результатов параллельных определений) $CR_{0,95}(3)$, %
От 5 до 50 вкл.	21	25

12. Оформление результатов анализа

Результат измерения (С) в документах, предусматривающих его использование, может быть представлен в виде:

$$C \pm \Delta,\ P = 0,95,\ \text{где}$$

Δ – показатель точности методики. Значения показателя точности методики рассчитываются по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot C$$

Значения δ приведены в табл. 1.

Примечание – при представлении результата измерения в документах, выдаваемых лабораторией, указывают: количество результатов параллельных определений, использованных для расчета результата измерения;

способ определения результата измерения (среднее арифметическое значение или медиана параллельных определений).

В случае, если ДМСО в воздухе рабочей зоны ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация ДМСО в воздухе рабочей зоны менее 5,0 мг/м^3 (более 50 мг/м^3).

13. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения повторяемости, среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием образца для контроля.

Образцы для контроля представляют собой объединенные экстракты с добавкой определяемого компонента.

Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $К_к$ с нормативом контроля К.

Результат контрольной процедуры $К_к$ рассчитывают по формуле:

$$К_к = |С - С_а|, \text{ где}$$

C – результат контрольного измерения содержания определяемого компонента в образце для контроля;

C_a – аттестованное значение определяемого компонента в образце для контроля.

Норматив контроля К рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_л', \text{ где}$$

$\Delta_л'$ – абсолютное значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики,

соответствующее аттестованному значению определяемого компонента (ДМСО) в образце для контроля, без учета погрешности используемых средств отбора проб.

Значение $\Delta'_л$ рассчитывают по формулам:

$$\Delta'_л = 0{,}01 \cdot \delta'_л \cdot C_а; \quad \delta'_л = \sqrt{\delta_л^2 - \theta_{отб.}^2}, \text{ где}$$

$\theta_{отб}$ – погрешность используемых средств отбора пробы;

$C_а$ – аттестованное значение массовой концентрации определяемого компонента в образце для контроля;

$\delta_л$ – относительное значение характеристики погрешности результатов измерений, установленное в лаборатории при реализации методики. Значение $\delta_л$ приводят в протоколе согласно МИ 2335.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным, при выполнении условия:

$$К_к \leq К$$

При невыполнении этого условия эксперимент повторяют. При повторном невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

14. Нормы затрат времени на анализ

Время проведения анализа 6 проб, включая отбор проб, 2 ч 30 мин.

Методика выполнения измерения разработана: ЗАО Алгама НИЦ «ЭКОС», Москва; Испытательный центр ФГУП «ВНИИСВ», г. Тверь Самсонова Т. И., Подольская Т. И., Пантаева В. М., Нерсесова А. Ф.

gost.e-ecolog.ru