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 N-[2-[(2,6-диметилфенил)амино]-2-оксоэтил]-N,N-диэтилбензолметанаминийбензоата (бензилдиэтил ((2,6-ксилилкарбомоил)-метил)аммоний бензоата, денатония бензоата, битрекса) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

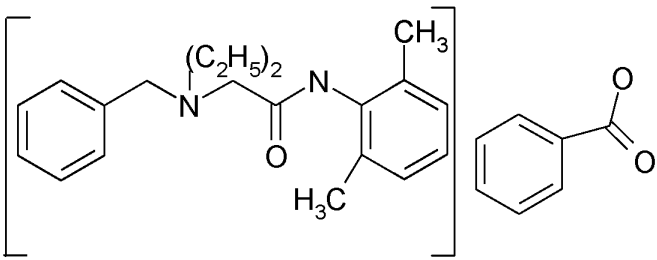
Методические указания
МУК 4.1.2255—07

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем содержания N-[2-[(2,6-диметилфенил)амино]-2-оксоэтил]-N,N-диэтилбензолметанаминийбензоата (бензилдиэтил ((2,6-ксилилкарбомоил)-метил)аммоний бензоата, денатония бензоата, битрекса) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в диапазоне массовых концентраций от 0,005 до 0,1 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула
2.2. Эмпирическая формула $C_{28}H_{34}N_2O_3$



Молекулярная масса 446,59

2.4. Регистрационный номер CAS 3734-33-6

2.5. Физико-химические свойства

Битрекс – кристаллическое вещество белого цвета, $T_{плавления}$ 174—176 °С, гигроскопично, растворимость в воде (при 20 °С) 45 г/дм^3; pH 6,5—7,5, растворим в этиловом спирте, хлороформе. Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

Используется как денатурирующая добавка к этиловому спирту и спиртосодержащей продукции из всех видов сырья.

2.6. Токсикологическая характеристика

Битрекс обладает общетоксическим действием и резким горьким вкусом. Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) в воздухе рабочей зоны 0,01 мг/м^3.

3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Настоящая методика количественного химического анализа (КХА) битрекса обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, значения которых не превышают представленных в табл. 1 (при доверительной вероятности $p = 0,95$). Значения метрологических показателей методики приведены в виде зависимости от значения массовой концентрации C анализируемого компонента в пробе.

Таблица 1

Результаты метрологической аттестации методики количественного химического анализа

Диапазон определяемых массовых концентраций битрекса, мг/м^3	Показатель повторяемости σ_r, мг/м^3	Показатель воспроизводимости σ_R, мг/м^3	Показатель точности (границы расширенной неопределенности) $\pm U$, мг/м^3 (p = 0,95)
0,005 до 0,1	0,09C	0,18C	0,23C

4. Метод измерений

Измерения массовых концентраций битрекса в воздухе рабочей зоны основаны на отборе и концентрировании воздушной пробы на фильтр и последующем определении битрекса методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с применением спектрофотометрического детектора (при длине волны 210 нм).

Нижний предел измерения содержания битрекса в хроматографируемом объеме раствора 0,01 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации битрекса в воздухе 0,005 мг/м^3 (при отборе 500 дм^3 воздуха).

Определению не мешают хлориды, этиловый спирт.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

5.1. Средства измерений

Хроматограф жидкостный лабораторный «Стайер UV/VIS» со спектрофотометрическим детектором	
Хроматографическая колонка «Диасфер-110-С18», производства «БиохимМак», 4 х 250 мм, сорбент фракцией 5 мкм	
Весы лабораторные ВЛА-200 с наибольшим пределом взвешивания 200 г, границы допускаемой погрешности измерений ± 0,0002 г.	ГОСТ 24104—2001
Набор гирь Г-2-210	ГОСТ 7328—2001
Пробоотборное устройство ПУ-2Э	ГОСреестр 14531—03

Программно-аппаратный комплекс для регистрации и обсчета хроматограмм «МультиХром-Спектр», производство ЗАО «Амперсенд»	
Пипетки градуированные 4-2-1-1, 4-2-1-5, 4-2-1-10,	ГОСТ 29227—91
Микропипетки вместимостью 0,5 $см^3$, 2 класс точности	ГОСТ 29169—91
Колбы мерные, 2-25-2, 2-100-2	ГОСТ 1770—74
Цилиндр мерный объемом 1-1000-2	ГОСТ 1770—74
Микрошприцы вместимостью 50 $мм^3$, фирмы «Реодин», сер.1700, модель 810	

5.2. Вспомогательные устройства

Фильтродержатель	ТУ 95.72.05—77
Микропроцессорный pH-метр, модель pH-410, производство НКПФ «Аквилон»	
Бюксы 50/30	ГОСТ 25336—82
Ультразвуковая ванна УЗВ-10 ТН, производство «Рэлтек»	
Комплект для фильтрации и дегазации растворов с ПТФЭ-насадкой и колбой на 500 $см^3$, производство «БиоХимМак», № 48.7220	
Комплект для фильтрации образцов НФ-13, производство НПФ «Биохром»	
Стеклянные флаконы емкостью 1,8 и 5,0 $см^3$ с завинчивающимися крышками и тефлоновыми прокладками, производство «Супелко», № 2-6951, 2-7037, 2-7039	
Шприцы медицинские вместимостью 2 $см^3$	ГОСТ 22967—90

5.3. Материалы

Мембранные фильтры диаметром 13 и 50 мм, с размером пор 0,45 мм, производство «БиохимМак»

Фильтры АФА-ВП-10, ТУ 95-1892—89

5.4. Реактивы

Битрекс, производство «BioChemika», № 30914, содержание основного вещества не менее 99 %	
Спирт этиловый, х.ч.	ТУ 6-09-1710—77
Ацетонитрил для жидкостной хроматографии	ТУ-6-09-14-2167—84
Кислота ортофосфорная х.ч.	ГОСТ 6552—58

Натрий фосфорнокислый, однозамещенный, двуводный, х.ч. ГОСТ 245—76
Додецилсульфат натрия, х.ч., производство «Сигма-Алдрич», № 55422
Вода бидистиллированная ГОСТ 7602—72

Допускается применение иных средств измерения, вспомогательных устройств, реактивов и материалов, обеспечивающих показатели точности, установленные для данных методических указаний.

6. Требования безопасности

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

6.2. При работе с горючими и вредными веществами необходимо соблюдать меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90.

6.3. При выполнении измерений с использованием хроматографа необходимо соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкции 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 2.2.51313—03 и ГН 2.2.5.1314—03.

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

7. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускают лиц со средним специальным или высшим образованием, имеющих опыт работы в химической лаборатории, прошедших обучение и владеющих техникой хроматографического анализа, а также освоивших метод анализа.

8. Условия измерений

8.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят в нормальных условиях при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении 84—106 кПа и относительной влажности воздуха не более 80 %.

8.2. Измерения на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерения

9.1. Подготовка прибора

Общую подготовку прибора осуществляют согласно инструкции по эксплуатации.

9.2. Подготовка хроматографической колонки

Через хроматографическую систему в режиме согласно п. 9.4.1 прокачивают элюент до стабилизации нулевой линии (обычно в течение 20—30 мин). При отсутствии стабилизации в течение 60 мин проводят регенерацию колонки или заменяют ее.

9.3. Приготовление растворов

9.3.1. Приготовление элюента. Для приготовления 0,1 М раствора фосфатного буфера 15,6±0,1 г натрия фосфор-нокислого однозамещенного двуводного растворяют в 900 $см^3$ бидистиллированной воды, тщательно перемешивают и доводят до 1000 $см^3$.

Затем для получения 0,01 М фосфатного буфера 100 $см^3$ полученного раствора разбавляют бидистиллированной водой до метки в колбе вместимостью 1000 $см^3$ и доводят ортофосфорной кислотой до pH = 3.

Готовят смесь ацетонитрила с 0,01 М раствором фосфатного буфера в объемной соотношении 6:4. Смешивают 400 $см^3$ буферного раствора и 600 $см^3$ ацетонитрила и добавляют навеску $7{,}38 \pm 0{,}1$ г додецилсульфата натрия для получения раствора с концентрацией 25 мМ.

Тщательно перемешивают, затем фильтруют через мембранный фильтр с помощью набора для фильтрации. Раствор хранят не более недели, перед употреблением дегазируют в ультразвуковой ванне в течение 3 мин.

9.3.2. Приготовление стандартного раствора битрекса с концентрацией 25мг/$см^3$. Навеску битрекса 2,50 (m, г), взвешенную на аналитических весах, вносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, содержащую 40—50 $см^3$ этилового спирта. Объем раствора в колбе доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают.

Рассчитывают массовую концентрацию битрекса в растворе (C_{RM}, г/$см^3$) по формуле:

$$C_{RM} = \frac{m \cdot \mu \cdot 0{,}01}{100}, \text{ где}$$

μ – массовая доля основного вещества в соответствии с паспортом, % масс;

100 – вместимость колбы см^3.

Раствор хранят герметично закрытым в холодильнике в течение двух недель.

9.3.3. Приготовление градуировочных растворов. Градуировочные растворы готовят в мерных колбах вместимостью 25 см^3. Для этого в каждую колбу вносят пипеткой стандартный раствор битрекса в соответствии с табл. 2, приливают этиловый спирт до метки и тщательно перемешивают. Раствор №1 готовят с помощью микропипетки на 0,5 см^3, растворы № 2 – пипетки на 1 см^3, растворы №№ 3 и 4 – пипетки на 5 см^3, растворы №№ 5 и 6—10 см^3.

Точную массовую концентрацию градуировочных растворов ($C_{ГР}$, мкг/см^3) рассчитывают по формуле:

$$C_{ГР} = \frac{C_{RM} \cdot V_{RM}}{V}, \text{ где}$$

V_{RM} – объем стандартного раствора, см^3

V – объем мерной колбы, см^3

Градуировочные растворы используют в день приготовления.

9.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика битрекса от его массы, содержащейся в объеме вводимой в хроматограф пробы, устанавливают по методу абсолютной градуировки по шести сериям растворов из пяти измерений в каждой серии (табл. 2).

Для получения исходных данных, на основании которых устанавливают градуировочную характеристику, на фильтры АФА-ВП-10 наносят микрошприцем 5,0 мм^3 соответствующего градуировочного раствора, фильтры помещают в бюксы. В бюкс с фильтром приливают пипеткой 5 см^3 раствора элюента. Помещают бюкс в ультразвуковую ванну на 5 мин. Отбирают раствор медицинским шприцем и фильтруют в стеклянные флаконы с завинчивающимися пробками, используя набор для фильтрации проб с мембранными фильтрами. С помощью микрошприца пропускают через дозатор хроматографа 50 мкл анализируемого раствора. Растворы анализируют на хроматографе в порядке возрастания массовых концентраций.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении битрекса

Наименование величины	Номер градуировочного раствора						
	0	1	2	3	4	5	6
Объем стандартного раствора битрекса с масс. Конц. 25 мг/см^3, см^3	0	0,5	1,0	2,5	5,0	7,5	10,0
Концентрация битрекса в градуировочных растворах, мкг/см^3	0	0,5	1,0	2,5	5,0	7,5	10,0
Содержание битрекса в 5,0 мм^3 град. р-ра (или в 5,0 см^3 р-ра элюента), мкг	0	2,5	5,0	6,25	25,0	37,5	50,0
Принятое опорное значение содержания битрекса в хроматографируемом объеме пробы, мкг	0	0,01	0,02	0,05	0,10	0,15	0,20

9.4.1. Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

состав элюента:	25 мМ додецилсульфата натрия в растворе ацетонитрил – 0,01 М натрий фосфорнокислый, однозамещенный, двуводный, 6:4, pH 3
режим элюирования	изократический
скорость потока элюента	1 см^3/мин
объем вводимой пробы (дозатора)	20 мм^3
длина волны спектрофотометрического детектора	210 нм
время удерживания битрекса	12,5 ± 2,5 мин

9.4.2. Контроль эффективности разделительной системы. Условия хроматографирования считаются удовлетворительными, если критерий хроматографического разделения R определяемого вещества с другими веществами, присутствующими в пробе, не менее 1,0.

Критерий разделения рассчитывают по формуле

$$R = \frac{L}{w_1^{0,5} + w_2^{0,5}}, \text{ где}$$

L – расстояние между вершинами пика анализируемого вещества и соседнего с ним пика на хроматограмме, с;

$w_1^{0,5}$ и $w_2^{0,5}$ – ширина пиков на половине высоты, с.

Если требования к разделению веществ не выполняются, изменяют условия анализа или регенерируют хроматографическую колонку или заменяют ее.

9.4.3. Обработка хроматограмм. На полученной хроматограмме с помощью компьютерной программы измеряют площади пиков при анализе 6 растворов разных концентраций и холостой пробы, проводя не менее 5 параллельных определений для каждого раствора.

На основании результатов измерений с помощью компьютерной программы «МультиХром-Спектр» устанавливают градуировочную зависимость площадей хроматографических пиков градуировочных растворов от содержания битрекса в объеме вводимой в хроматограф пробы, (m, мкг) и рассчитывают соответствующие градуировочные коэффициенты.

10. Отбор проб воздуха

Отбор проб проводят в соответствии с требованиями 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 содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны», п. 2 контроль соответствия максимальным ПДК.

Воздух с объемным расходом 20 дм^3/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП. Для измерения 1/2 ОБУВ битрекса достаточно отобрать 500 дм^3 воздуха. Фильтр с отобранной пробой помещают с помощью пинцета в бюкс с пришлифованной крышкой. Пробы можно хранить в течение недели.

11. Выполнение измерения

В бюкс с помещенным фильтром приливают пипеткой 5 см^3 раствора элюента. Помещают бюкс в ультразвуковую ванну на 5 мин. Отбирают весь раствор медицинским шприцем и фильтруют в стеклянный флакон с завинчивающейся пробкой, используя набор для фильтрации проб. Хроматографирование раствора пробы проводят в условиях, описанных в п. 9.4.1. Выполняют два единичных измерения.

Количественное определение содержания анализируемого вещества в растворе проводят по предварительно установленной градуировочной характеристике. Степень десорбции вещества с фильтра 98 %.

12. Обработка результатов измерений

12.1. Расчет содержания битрекса в общем объеме раствора

Содержание битрекса в общем объеме раствора (m, мкг) рассчитывают по формуле:

$$\overline{m} = \frac{\overline{а} \cdot в}{б \cdot k}, \text{ где}$$

а – среднее содержание битрекса в объеме вводимой в хроматограф пробы, рассчитанное по уравнению градуировочной зависимости или найденное по градуировочному графику, для двух измерений, выполненных в условиях повторяемости, мкг;

б – объем элюата, взятый для анализа, *б* = 20 мм^3;

в – общий объем раствора, *в* = 5 000 мм^3.

k – степень десорбции с фильтра.

12.2. Округление результатов измерений

Результаты измерения округляют и записывают с точностью до третьего десятичного знака.

12.3. Контроль повторяемости.

Результат контроля повторяемости признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|т_1 - т_2| \le CL_r, \text{ где}$$

$m_{1,2}$ – значения результатов измерений массы битрекса, полученных в условиях повторяемости, мкг;

CL_r – предел повторяемости, приведенный в табл. 3 в виде зависимости от среднего арифметического результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости, мкг

При положительном заключении о контроле повторяемости результаты измерений, выполненные в условиях повторяемости, признают приемлемыми. За результат измерения ($m_{ср}$, мкг) принимают значение среднего арифметического результатов двух измерений, полученных в условиях повторяемости.

При отрицательном заключении о контроле повторяемости дополнительно получают еще один результат измерений. Если при этом расхождение ($m_{max} - m_{min}$) из результатов трех измерений равно или меньше предела повторяемости для трех измерений (Р = 95 %), рассчитанного по формуле:

$$CL_r(3) = 3{,}33 \cdot \sigma_r, \text{ где}$$

σ_r – значение характеристики повторяемости, приведенное в табл. 1, выраженное в абсолютных единицах, то в качестве результата КХА фиксируется среднее арифметическое значение результатов трех измерений.

При превышении предела повторяемости для трех измерений в качестве результата измерения фиксируется медиана трех измерений, т. е. выбирается второе по значению измерение в ряду расположенных по возрастанию значений.

12.4. Расчет результата анализа

Результат количественного химического анализа (С, мг/м^3) рассчитывают с учетом приведения объема отобранной пробы к стандартным условиям (прилож. 1):

$$C = \frac{\overline{m}}{V_{20}}, \text{ где}$$

V_{20} – объем отобранной пробы воздуха, приведенный к стандартным условиям, дм^3.

13. Оформление результатов измерений

13.1. Записи в рабочем журнале

Записи содержат:

- результаты измерений, выполненных в условиях повторяемости;
- заключение о приемлемости результатов измерений;
- результат КХА, рассчитанный в соответствии с п.п. 12.1-12.5;
- значение расширенной неопределенности для каждого результата КХА, приведенное в табл. 1, при $p = 0{,}95$

13.2. Потокол результатов измерения

Результаты измерений концентраций битрекса оформляют протоколом, содержащим:

- результат КХА в виде: $C \pm U$, мг/м^3;

• где U – значение расширенной неопределен-ности (см. табл.1.)

• (если полученный результат анализа составляет значение меньше нижней (выше верхней) границы диапазона, установленного данными МУК, то результат представляют в виде «менее 0,005 мг/м^3 (более 0,1 мг/м^3»);

• дату проведения анализа;

• место отбора пробы;

• название лаборатории, юридического адреса организации, ответственного исполнителя и руководителя лаборатории.

14. Контроль качества результатов измерений

14.1. Контроль точности

Образцом для контроля точности является фильтр АФА-ВП-10, на который наносят раствор битрекса в этиловом спирте.

Принятое опорное значение содержания битрекса в образце для контроля, аттестованное по процедуре приготовления, (m_{RM}) составляет 2,5—50 мкг. Для приготовления 5 мм^3 стандартного раствора наносят на фильтр АФА ВП, помещенный в бюкс. Расширенная стандартная неопределенность процедуры приготовления образца не превышает 3 %.

Обработку фильтра и измерения выполняют в соответствии с п. 11 настоящей методики, обработку результатов измерений проводят по п. 12.1—12.4.

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$LCL \le т_к \le UCL, \text{ где}$$

$m_к$ – значение результата контрольного измерения, мкг;

UCL (LCL) верхний (нижний) предел контроля правильностив соответствии с табл. 3

При отрицательном результате контроля точности выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

14.2.Контроль повторяемости

Контроль повторяемости проводят при каждом измерении по п. 12.3.

14.3. Контроль промежуточной прецизионности

Образцом для контроля служит экстракт реальной пробы воздуха рабочей зоны, полученный при обработке фильтра. Выполняют два измерения. Результат контроля промежуточной прецизионности признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|т1 - т2| \le CLR, \text{ где}$$

т(1,2) – значения результатов измерений содержания битрекса на фильтрах, полученные в условиях воспроизводимости, мкг; CLR – предел контроля воспроизводимости, приведённый в табл. 3.

Таблица 3

Значения нормативов контроля качества измерений

Диапазон измерений содержания битрекса в образце для контроля, мкг	Предел контроля повторяемости, CL_r, мкг (n = 2, p = 0,95)	Предел контроля воспроизводимости, CL_R мкг (l =2, p = 0,95)	Пределы контроля точности для диапазона 2,5—50,0 мкг в контрольном образце (p = 0,90)	
			LCL, мкг	UCL,мкг
от 2,5 до 50,0 вкл.	0,03 $\overline{m}$ *+0,05	0,06 $\overline{m}$ ** +0,1	$m_{RM} \pm 0{,}10 m_{RM}$	$m_{RM} - 0{,}10 m_{RM}$

$\overline{m}$ * – значение среднего арифметического результатов двух единичных измерений, выполненных в условиях повторяемости, мкг;

$\overline{m}$ ** – значение среднего арифметического результатов двух измерений, выполненных в условиях воспроизводимости, мкг;

m_{RM} – принятое опорное значение содержания битрекса в образце для контроля, мкг.

15. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6-и проб (без учета времени на градуировку) требуется 3 ч.

Методические указания разработаны: ГОУ ВПО Российский государственный университет Н. Г. Иванов, Е. Б. Гугля.

gost.e-ecolog.ru