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 4.1.2529—4.1.2534—09

Выпуск 51

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний. Вып. 51.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—80 с.

1. Разработаны ГОУ ВПО «Российский государственный медицинский университет» (Н. Г. Иванов, Е. Б. Гугля), подготовлены Научно-исследовательским институтом медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьева, Н. М. Данилова).

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 июня 2009 г. № 2).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 25 августа 2009 г.

4. Введены в действие с 1 октября 2009 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

Технический редактор А. В. Терентьева

Подписано в печать 17.11.09

Формат 60x88/16 Печ. л. 5,0

Тираж 500 экз. Заказ

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

Измерение массовых концентраций 2-(диметиламино)этанола (ДМАЭ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2529—09 5
Измерение массовых концентраций диметилкарбоната (ДМК) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2530—09 17
Измерение массовых концентраций 2,2-диметилтиазолидина (ДМТ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2531—09 29
Измерение массовых концентраций дифенилкарбоната (ДФК) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2532—09 41
Измерение массовых концентраций метилфенилкарбоната (МФК) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2533—09 53
Измерение массовых концентраций этиленкарбоната (ЭК, 1,3-диоксолан-2-она) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2534—09 65

Введение

Сборник Методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 51) разработан с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) 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 12.1.016—79 «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ с изм. № 1, ГОСТ 12.1.005—88 ССБТ «Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны», ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений» с изм. № 1 и № 2, ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «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, установленных в гигиенических нормативах ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и дополнения к ним.

Методические указания по измерению массовых концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для лабораторий «ФГУЗ ЦГиЭ», 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
25 августа 2009 г.
Дата введения: 1 октября 2009 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций диметилкарбоната (ДМК) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии

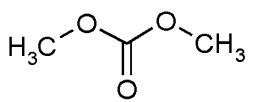
Методические указания
МУК 4.1.2530—09

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный хроматографический анализ воздуха рабочей зоны для определения в нем концентрации диметилкарбоната (ДМК) в диапазоне массовых концентраций от 10,0 до 100 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2 Эмпирическая формула: $C_3H_6O_3$.
2.3. Молекулярная масса: 90,08.
2.4. Регистрационный номер CAS: 616-38-6.

2.5. Физико-химические свойства

ДМК – бесцветная жидкость с характерным эфирным запахом, d^{25}_4 = 1,069 г/см^3, температура плавления 2—4 °С, температура кипения

90 °С (760 мм рт. ст.), растворимость в воде 139 г/дм^3. Растворим в спирте, эфире. В воздухе находится в виде паров.

2.6. Токсикологическая характеристика

ДМК обладает общетоксическим действием. Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны 20 мг/м^3. Класс опасности – четвертый.

3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Настоящая методика количественного химического анализа (КХА) ДМК 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 ДМК, мг/м^3	Показатель повторяемости, σ_r, мг/м^3	Показатель промежуточной прецизионности, σ_R, мг/м^3	Границы систематической погрешности, $\pm\,\delta$, мг/м^3	Расширенная стандартная неопределенность пробоотбора, $\pm\,u$,%	Показатель точности (границы расширенной неопределенности), $\pm\,U$, мг/м^3
От 10,0 до 100	0,013 X	0,02 X	0,12 X	5,5	0,13 X

4. Метод измерений

Измерения массовых концентраций ДМК основаны на использовании газовой хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб проводится с концентрированием на твердый сорбент с последующей десорбцией этиловым спиртом.

Нижний предел измерения содержания ДМК в хроматографируемом объеме 0,005 мкг.

Нижний предел измерения концентрации ДМК в воздухе 10,0 мг/м^3 (при отборе 2,5 дм^3 воздуха).

Измерению не мешают дифенилкарбонат, метилфенилкарбонат.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

5.1. Средства измерений

Хроматограф газовый Кристалл 200М с пламенно-ионизационным детектором	
Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г II класса точности	ГОСТ 24104
Набор гирь	ГОСТ 7328
Пробоотборное устройство ПУ-2Э	ГОСТ Р 51945-2002 Госреестр СИ №14531—03
Пипетки градуированные 1-2-2-1, -2, -5, -10	ГОСТ 29227
Автоматическая пипетка «Ленпипет» типа Дигитал 0,01—0,1 $см^3$	
Колбы мерные 2-25-2 и 2-50-2	ГОСТ 1770
Пробирки П-1-10-0,1 ХС	ГОСТ 25336
Микрошприцы марки МШ-1	ТУ 2-833-106
Термометр ТЛ-2	ГОСТ 215
Барометр-анероид	ГОСТ 23696

5.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка кварцевая капиллярная ZB-1 (неподвижная фаза диметилполисилоксан), 0,53 см × 30 м, производство фирмы «Феноменекс»	
Трубки из молибденового стекла, 4 × 100 мм	ГОСТ 23932
Бюксы 50 / 30	ГОСТ 25336
Ультразвуковая ванна УВМ-5	ТУ 25-7401
Эксикатор	ГОСТ 25336
Шкаф сушильный электрический типа 2В-151	

5.3. Материалы

Силохром С-120, фракция 0,35—0,5 мм	ТУ 6-09-17-48
Заглушка из фторпласта	ГОСТ 10007
Силикагель марки КСК	ГОСТ 3956
Стекловата	ГОСТ 4640

5.4. Реактивы

ДМК, содержание основного вещества не менее 99 %, производство Acros Organics, № 11612	
Спирт этиловый, х.ч.	ТУ 6-09-1710—77

Газообразные азот	ГОСТ 9293
водород	ГОСТ 3022
воздух	ГОСТ 1182

в баллонах с редукторами

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 соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007.

6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ соблюдают меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004.

6.3. При выполнении измерений с использованием хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкции по эксплуатации прибора.

6.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6.5. Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Концентрация вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и ГН 2.2.5. 2308—07.

6.6. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 кгс/см^2), необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации стационарных компрессорных установок, воздухопроводов и газопроводов под давлением», ПБ-03-576—03. Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

6.7. Необходимо провести обучение работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

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 стандартных условиях при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмо-

сферном давлении 84—106 кПа и относительной влажности воздуха не более 80 %.

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

9. Подготовка к выполнению измерения

9.1. Подготовка сорбента

Силохром С-120 промывают тремя порциями этилового спирта и прогревают в сушильном щкафу при 200 °С в течение 4 ч. После охлаждения готовый сорбент помещают в склянку с хорошо притертой стеклянной пробкой и хранят в промытом и тщательно высушенном эксикаторе, на дно которого насыпан слой предварительно осушенного силикагеля КСК.

9.2. Подготовка сорбционных трубок

Сорбционные трубки готовят непосредственно перед отбором проб. В трубку помещают 0,2 г силохрома С-120, закрепляют стекловолокном и закрывают тефлоновыми заглушками или силиконовым шлангом со стеклянными пробками.

9.3. Подготовка прибора

Общую подготовку прибора осуществляют согласно инструкции по эксплуатации.

9.4. Подготовка хроматографической колонки

Кварцевую капиллярную колонку устанавливают в термостате хроматографа, подъсоединив к испарителю, и кондиционируют, нагревая ступенчато от 50 до 150 °С в течение 2 ч и выдерживая при 150 °С в течение 4 ч. Охлаждают колонку, присоединяют выход колонки к детектору и приступают к работе.

9.5. Приготовление стандартных растворов ДМК

Стандартный раствор № 1 ДМК готовят гравиметрическим методом. Взвешивают на весах II класса точности мерную колбу вместимостью 25 см^3, содержащую 5—10 см^3 этилового спирта, вносят 10—15 капель ДМК и снова взвешивают; по разности показаний определяют массу вещества ($m_{ДМК}$, мг). Объем раствора в колбе доводят до метки этиловым спиртом. Раствор тщательно перемешивают.

Рассчитывают точную массовую концентрацию ДМК в растворе (C_1, мг/см^3) по формуле:

$$\tilde{N}_1 = \frac{m_{\ddot{A}\grave{I}\,\hat{E}} \cdot \mu \cdot 0,01}{25}, \text{ где}$$

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

Стандартный раствор № 2 с массовой концентрацией ДМК 0,25 мг/см^3 готовят разбавлением стандартного раствора № 1 этиловым спиртом в мерной колбе вместимостью 50 см^3. Необходимый объем стандартного раствора № 1 (V, см^3) рассчитывают по формуле:

$$V = \frac{0,25 \cdot 50}{\tilde{N}_1}.$$

Стандартная расширенная неопределенность процедуры приготовления раствора № 2 не превышает 1,0 %.

Раствор хранят герметично закрытым в холодильнике в течение двух недель.

9.6. Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы готовят в мерных колбах вместимостью 25 см^3. Для этого в каждую колбу вносят пипеткой стандартный раствор № 2 ДМК в соответствии с табл. 2, приливают этиловый спирт до метки и тщательно перемешивают. Растворы №№ 1 и 2 готовят с помощью пипетки вместимостью 1 см^3, №№ 3—5 – пипетки вместимостью 5 см^3, раствор № 6 – вместимостью 10 см^3.

Стандартная расширенная неопределенность процедуры приготовления градуировочных растворов не превышает 1,5 %.

Градуировочные растворы используют свежеприготовленными.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении ДМК

Наименование компонента	Номер градуировочного раствора						
	0	1	2	3	4	5	6
Объем стандартного раствора № 2, см^3	0	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Концентрация ДМК в градуировочном растворе, мг/см^3	0	0,005	0,010	0,020	0,030	0,040	0,050
Принятое опорное значение содержания ДМК в хроматографиируемом объеме, мкг	0	0,005	0,010	0,020	0,030	0,040	0,050

9.7. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика ДМК от его массы, содержащейся в объеме вводимой в хро-

матограф пробы, устанавливают по методу абсолютной градуировки по шести растворам и холостой пробе в серии из шести измерений для каждого, выполненных в условиях повторяемости в каждой серии.

Отбирают микрошприцем 1,0 мм^3 градуировочного раствора и анализируют на газовом хроматографе.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

Температура термостата колонки	85 °С
Температура испарителя	110 °С
Температура детектора	110 °С
Объем вводимой пробы	1,0 °мм^3
Режим ввода пробы деление потока	1 : 7
Линейная скорость газа-носителя (азот)	30 см/с
Скорость водорода	20 см^3/мин
Скорость воздуха	200 см^3/мин
Время удерживания ДМК	2 мин 50 с

9.8. Обработка хроматограмм

На полученной хроматограмме с помощью компьютерной программы измеряют площади пиков и на основании результатов измерений строят градуировочную зависимость площади хроматографического пика *i*-го раствора (S_i, условные единицы), от массы ДМК (m, мкг), в хроматографируемом объеме раствора.

9.9. Определение степени десорбции

Для определения степени десорбции в сорбционные трубки, предварительно вынув стекловату, на силохром С-120 наносят пипеткой 0,1—0,25 см^3 ($v_г$) стандартного раствора № 2. Закрывают трубку стекловатой, присоединяют с противоположного конца к аспирационному устройству и протягивают со скоростью 0,5 дм^3/мин 2,5 дм^3 воздуха. После этого вынимают стекловату, высыпают сорбент с бюкс и приливают 5 см^3 этилового спирта. Помещают бюкс в ультразвуковую ванну и выдерживают в течение 10 мин. Далее проводят измерение согласно п. 9.7 и определяют количество ДМК в анализируемой пробе m_a. Рассчитывают степень десорбции $K_Д$ по формуле:

$$\hat{E}_{\tilde{A}} = \frac{m_a \cdot v_{\acute{y}}}{v_a \cdot v_{\tilde{A}} \cdot \tilde{N}_2}, \text{ где}$$

m_a – масса ДМК в хроматографируемом объеме, мкг;

$v_э$ – объем экстракта , $v_э$ = 5 см^3;

v_a – хроматографируемый объем, $v_а$ = 1 мм^3;

$v_Г$ – объем наносимого на сорбент раствора, см^3;

C_2 – концентрация стандартного раствора № 2, $c_{ст}$ = 0,25 мг/см^3.

За степень десорбции принимают значение среднего арифметического из всех опытов. Степень десорбции составляет не менее 80 %.

9.10. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль проводится не реже одного раза в полугодие, а также после ремонта и поверки прибора. Для контроля стабильности готовят три градуировочных раствора (начало, середина и конец диапазона) по п. 9.6 и выполняют измерения по п. 9.7.

Критерием стабильности градуировочной характеристики является доверительный интервал значений площадей хроматографических пиков, рассчитанный для каждого градуировочного раствора следующим образом:

– рассчитывают среднее арифметическое значение площадей хроматографических пиков для *i*-го градуировочного раствора ($\overline{S}_i$), измеренных при установлении градуировочной характеристики:

$$\overline{S}_i = \frac{\sum_{i=1}^{n} S_{ni}}{n}, \text{ где}$$

S_{ni} – площадь хроматографического пика, измеренная при *n*-ном измерении для *i*-го градуировочного раствора;

n – число измерений для каждого градуировочного раствора;

– рассчитывают среднее квадратичное отклонение измерений площадей хроматографических пиков для i-го градуировочного раствора ($\overline{S}_{0i}$):

$$S_{0i} = \frac{\left(\sum \left(S_{ni} - \overline{S}_{ni}\right)^2\right)^{0,5}}{\left(n-1\right)^{0,5}};$$

– рассчитывают отклонение ε от среднего значения *n* измерений площадей хроматографических пиков для i-го градуировочного раствора:

$$\varepsilon = \frac{t_{f,p} \cdot S_i}{n^{0,5}}, \text{ где}$$

$t_{f, p}$ – коэффициент Стьюдента при *f* степеней свободы и двусторонней доверительной вероятности *p*. Для $n = 6$ $f = n–1 = 5$, $P = 95$ %, $t_{f,p} = 2{,}57$;

– рассчитывают границы доверительного интервала:

$$S_{i\min} = \overline{S}_i - \varepsilon, \quad S_{i\max} = \overline{S}_i + \varepsilon.$$

Результат контрольной процедуры (стабильность градуировочной характеристики) признают удовлетворительным при выполнении условия:

$S_{i\min} \le S_{ki} \le S_{i\max}$, где

S_{ki} – значение площади хроматографического пика, полученного при контрольном измерении для выбранного градуировочного раствора, условные единицы.

В случае невыполнения выше указанного условия для двух из трех растворов градуировочную характеристику устанавливают заново.

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», в соответствии с Р 2.2.2006—05, прилож. 9, п. 2: «Контроль соотвествия максимально разовым ПДК».

Воздух с объемным расходом 0,5 дм^3/мин аспирируют через сорбционную трубку. Для измерения 1/2 ПДК ДМК достаточно отобрать 2,5 дм^3 воздуха. Отобранные пробы закрывают заглушками и помещают в пробирки с притертыми пробками. Пробы можно хранить в холодильнике в течение трех суток.

11. Выполнение измерения

Вынимают стекловату из сорбционных трубок, высыпают сорбент в бюкс и приливают 5 см^3 этилового спирта. Помещают бюкс в ультразвуковую ванну и выдерживают в течение 10 мин. Далее проводят измерение согласно п. 9.7.

Выполняют два единичных измерения в условиях повторяемости (один и тот же раствор анализирует один оператор на одном экземпляре прибора практически в одно и то же время).

12. Обработка результатов измерений

12.1. Расчет содержания ДМК

Содержание ДМК в общем объеме раствора (C, мкг) рассчитывают по формуле:

$$C_{1(2)} = \frac{m_{1(2)} \cdot V_2}{V_1}, \text{ где}$$

$m_{1(2)}$ – содержание ДМК в объеме вводимой в хроматограф пробы, рассчитанное по градуировочной зависимости с помощью компьютерной программы, для двух измерений, выполненных в условиях повторяемости, мкг;

V_1 – объем раствора, взятый для анализа, V_1=1 мм^3;

V_2 – общий объем раствора, мм^3.

12.2. Контроль повторяемости

При каждом измерении проводят контроль повторяемости.

Результат контроля повторяемости признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|C_1 - C_2| \le CL_r \text{, где}$$

$C_{(1,2)}$ – значения результатов измерений содержания ДМК, полученные в условиях повторяемости, мкг;

CL_r – предел повторяемости, приведённый в табл. 3, мкг.

12.3. Проверка приемлемости результатов измерений

При положительном заключении о контроле повторяемости результаты измерений, выполненные в условиях повторяемости, признают приемлемыми. За результат испытания принимают значение среднего арифметического результатов измерений содержания ДМК, полученных в условиях повторяемости.

При отрицательном заключении о контроле повторяемости дополнительно получают ещё один результат измерений. Если при этом расхождение ($C_{max} - C_{min}$), мкг из результатов трёх измерений равно или меньше предела повторяемости для трёх измерений (Р = 95 %), рассчитанного по формуле: CR_r (из 3) = 1,19·CL_r (где CL_r – значение характеристики повторяемости, приведённое в табл. 3), то в качестве результата испытания фиксируется среднее арифметическое значение результатов трёх измерений.

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

12.4. Округление результатов измерений

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

12.5. Вычисление результатов измерения

Массовая концентрация ДМК (X, мг/м^3) в воздухе рабочей зоны рассчитывают по формуле:

$$\tilde{O} = \frac{\tilde{N}}{V \cdot \hat{E}_{\ddot{A}}} \text{, где}$$

C – содержание ДМК в общем объеме раствора;

V_{20} – объем воздуха, дм^3, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям (Прилож. 1);

$K_Д$ – степень десорбции.

13. Оформление результатов измерений

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

$$(X \pm U),\ мг/м^3\ (P = 0{,}95),\ где$$

X – значение результатов измерения массовой концентрации ДМК, мг/м^3

U – границы расширенной неопределённости по табл. 1, мг/м^3

В случае, если полученный результат измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, производят следующую запись в журнале: «Массовая концентрация ДМК в воздухе рабочей зоны менее 10 мг/м^3 (более 100 мг/м^3)».

14. Контроль результатов измерения

14.1. Контроль прецизионности

14.1.1. Контроль повторяемости проводят при каждом измерении по п. 12.2.

14.1.2. Контроль промежуточной прецизионности. Образцом для контроля служит экстракт реальной пробы воздуха рабочей зоны, полученный при обработке сорбента. Выполняют два измерения в условиях промежуточной прецизионности с факторами различия: время, оператор. Результат контроля промежуточной прецизионности признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|C_1 - C_2| \le CL_{TO},\ где$$

$C_{1(2)}$ – значения результатов измерений содержания ДМК в экстракте реальной пробы воздуха рабочей зоны, полученные в условиях промежуточной прецизионности, мкг;

CL_{TO} – предел контроля промежуточной прецизионности, приведённый в табл. 3, мкг

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

14.2. Контроль правильности

Контроль правильности проводят аналогично определению степени десорбции. Образцом для контроля правильности является сорбент в сорбционной трубке, на который наносят раствор ДМК в этиловом спирте.

Принятое опорное значение содержания ДМК в образце для контроля, аттестованное по процедуре приготовления, (C_{RM}) составляет 25—250 мкг. Для приготовления образца для контроля 0,1—0,25 см^3 стандарт-

ного раствора № 1 наносят на сорбент. Расширенная стандартная неопределенность процедуры приготовления образца не превышает 2 %.

Обработку сорбента и измерения выполняют в соответствии с п. 11 настоящей методики, обработку результатов измерений проводят по п. 12.1—12.3.

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$LCL \le \tilde{N}_{\dot{e}} \le UCL, \text{ где}$$

$C_к$ – значение результата контрольного измерения, мкг;

LCL (UCL) –нижний (верхний) предел контроля правильности по табл. 3.

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

Таблица 3

Значения нормативов контроля прецизионности измерений

Диапазон измерений содержания ДМК в 5 см^3 раствора, мкг	Предел контроля повторяемости, CL_r, мкг (n = 2, p = 0,95)	Предел контроля промежуточной прецизионности, CL_{TO}, мкг (m = 2, p = 0,95)	Пределы контроля правильности (p = 0,90)	
			нижний LCL, мкг	верхний UCL, мкг
от 25 до 250 вкл.	$0{,}04\overline{C}^{\,*}$	$0{,}06\overline{C}^{\,**}$	$C_{RM} - 0{,}11C_{RM}$	$C_{RM} + 0{,}11C_{RM}$

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

$\overline{N}^{\,**}$ – значение среднего арифметического результатов двух измерений, выполненных в условиях промежуточной прецизионности с факторами различия: время, оператор, мкг.

15. Нормы затрат времени на анализ

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

Приложение 1

Приведение объема воздуха к стандартным условиям

Приведение объема воздуха к стандартным условиям при температуре 293 К (20 °С) и атмосферном давление 101,33 кПа (760 мм рт. ст.):

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273 + t) \cdot 101{,}33}, \text{ где}$$

V_t – объём воздуха, отобранный для анализа, дм^3;

P – барометрическое давление, кПа (101,33 кПа = 760 мм рт. ст.);

t – температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (прилож. 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Приложение 3

Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ

	Стр.
1,3-диоксолан-2-он	65
ДМАЭ	5
ДМК	17
ДМТ	29
ДФК	41
МФК	53
ЭК	65

gost.e-ecolog.ru