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 2-(диметиламино)этанола (ДМАЭ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии

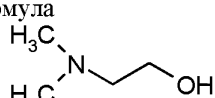
Методические указания
МУК 4.1.2529—09

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный хроматографический анализ воздуха рабочей зоны для определения в нем 2-диметиламиноэтанола (ДМАЭ) в диапазоне массовых концентраций от 2,0 до 20,0 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула: $C_4H_{11}NO$.

2.3. Молекулярная масса: 89,14.

2.4. Регистрационный номер CAS: 108-01-0.

2.5. Физико-химические свойства

ДМАЭ – бесцветная жидкость с резким раздражающим запахом, плотность 0,887 г/см^3, $T_{кипения}$ – 134—135 °С. Растворим в воде в любых

соотношениях, растворим в этиловом спирте, диэтиловом эфире и других органических растворителях.

В воздухе находится в виде паров.

2.6. Токсикологическая характеристика

ДМАЭ обладает сильным раздражающим действием на глаза и кожу, а при вдыхании паров – на слизистую, и общетоксическим действием. При работе с ним требуется специальная защита кожи и глаз.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны 5 мг/м^3. Класс опасности – второй.

3. Метрологические характеристики

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

Таблица 1

Результаты метрологической аттестации методики количественного химического анализа

Диапазон массовых концентраций ДМАЭ, мг/м^3	Показатель повторяемости, σ_r, мг/м^3	Показатель промежуточной прецизионности, S_{TO}, мг/м^3	Показатель точности (границы расширенной неопределенности) $\pm U$, мг/м^3
От 2,0 до 20,0 вкл.	0,8 C	0,9 C	0,19 C

C – значение массовой концентрации анализируемого вещества в пробе, мг/м^3.

4. Метод измерений

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

Отбор проб проводится с концентрированием на сорбент Силохром 120.

Нижний предел измерения содержания ДМАЭ в хроматографируемом объеме раствора 0,04 мкг.

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

Определению не мешают диметоксиметан, 2-бутанон, метилпропиловый эфир, 1,3-диметокси-2-пропанол и N,N-диэтил-1,2-этандиамин.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

5.1. Средства измерений

Хроматограф газовый лабораторный «Кристалл 2000М» с пламенно-ионизационным детектором и с делением потока газа-носителя	Госреестр СИ № 14516—08
Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г II класса точности	ГОСТ 24104 Госреестр СИ № 4233—92
Меры массы	ГОСТ 7328
Пробоотборное устройство ПУ-2Э	ГОСТ Р 51945 Госреестр СИ № 14531—03
Пипетки градуированные 4-2-2-1, 4-2-2-5, 4-2-2-10	ГОСТ 29227
Колбы мерные 2-25-2, 2-100-2	ГОСТ 1770
Микрошприцы МШ-10	ГОСТ 8043
Термометр	ГОСТ 27544 Госреестр СИ № 251—90
Барометр-анерои	ГОСТ 6359 Госреестр СИ № 5738—76

5.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка кварцевая капиллярная, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм с неподвижной фазой SPB-1 (диметилполисилоксан) с толщиной пленки 1,0 мкм	
Эксикатор	ГОСТ 25336
Пинцет медицинский	ГОСТ 21241
Виалы объемом 1 $см^3$ производство «Supelco», № 33293	
Пробирки П4-10-14/23 ХС	ГОСТ 25336
Шкаф сушильный электрический 2В-151	
Программно-аппаратный комплекс для регистрации и обсчета хроматограмм «Мульти-Хром», производство ЗАО «Амперсенд»	

5.3. Материалы

Силохром С-120, фракция 0,35—0,5 мм	ТУ 6-09-17-48
Мембранные фильтры диаметром 13 мм, с размером пор 0,45 мм, производство «БиохимМак»	

Трубки из молибденового стекла, (4 × 100) мм	ГОСТ 23932
Заглушка из фторпласта	ГОСТ 10007
Силикагель марки КСК	ГОСТ 3956
Стекловата	ГОСТ 4640

5.4. Реактивы

ДМАЭ, производство «Aldrich», № D 13465-1, содержание основного вещества не менее 99 %	
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 противипожарной 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 сосудов, работающих 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 операторов

К выполнению измерений и обработке результатов допускаются лица с высшим и средним специальным образованием, имеющие опыт работы в химической лаборатории, прошедшие обучение, владеющие техникой хроматографического анализа и освоившие метод анализа.

8. Условия измерений

8.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят в стандартных условиях при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном 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 измерений

9.1. Подготовка сорбента

Силохром С-120 промывают тремя порциями этилового спирта и прогревают в сушильном шкафу 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 или установлением градуировочной характеристики. В трубку помещают 0,2 г силохрома С-120, закрепляют стекловолокном и закрывают фторопластовыми заглушками.

9.3. Подготовка хроматографической колонки

При подготовке к измерению или длительного перерыва в работе проводят кондиционирование колонки. Для этого колонку отсоединяют от детектора, устанавливают расход газа-носителя 30 $см^3$/мин и нагревают, выдерживая по 30 мин при 50, 100 и 150 °С и 4 ч при 200 °С.

После окончания кондиционирования колонку охлаждают до комнатной температуры, выход колонки соединяют с детектором и прогревают детектор при температуре 200 °С в течение 1 ч. Затем устанавливают рабочий режим детектора и приступают к работе.

9.4. Подготовка прибора

Наладку, проверку герметичности газовых линий и вывод хроматографа на режим условий измерения проводят согласно инструкции по монтажу и эксплуатации прибора.

9.5. Приготовление стандартных растворов ДМАЭ

Стандартный раствор № 1 ДМАЭ готовят гравиметрическим методом. Взвешивают на аналитических весах мерную колбу вместимостью 25 см^3, содержащую 5—10 см^3 этилового спирта, с помощью градуированной пипетки вместимостью 10 см^3 вносят 5—10 см^3 ДМАЭ и снова взвешивают. По разности показаний определяют навеску вещества ($m_{ДМАЭ}$, мг). Объем раствора в колбе доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают.

Значение массовой концентрации ДМАЭ в стандартном растворе № 1 (C_1, мг/см^3) рассчитывают по формуле:

$$\tilde{N}_1 = \frac{m_{\ddot{A}\dot{I}\ \dot{A}\acute{Y}} \cdot \mu \cdot 0,01}{25}, \text{ где}$$

$m_{ДМАЭ}$ – навеска ДМАЭ, мг;

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

$V_к$ – объем мерной колбы, $V_к$ = 25 см^3.

Стандартный раствор № 2 с массовой концентрацией ДМАЭ C_2 = 25 мг/см^3 готовят разбавлением стандартного раствора № 1. Объем стандартного раствора № 1 (V, см^3), необходимый для приготовления стандартного раствора № 2 рассчитывают по формуле:

$$V = \frac{C_2 \cdot V_{\ddot{e}}}{\tilde{N}_1}, \text{ где}$$

C_1 – массовая концентрация ДМАЭ в стандартном растворе № 1, мг/см^3;

$V_к$ – объем мерной колбы, $V_к$ = 50 см^3.

Рассчитанный объем стандартного раствора № 1, отобранный пипеткой, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см^3, содержащую 10—20 см^3 этилового спирта, содержимое перемешивают, объем раствора в колбе доводят до метки этиловым спиртом и вновь тщательно перемешивают.

Расширенная стандартная неопределенность процедуры приготовления стандартных растворов не превышает 2,0 %.

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 ДМАЭ № 2 в соответствии с табл. 2, приливают этиловый спирт до метки и тщательно перемешивают. Растворы № 1 готовят с помощью пи-

петки вместимостью 1 см^3, №№ 2 и 3 – пипетки вместимостью 5 см^3, растворы №№ 4—6 – пипетки вместимостью 10 см^3.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении ДМАЭ

Растворы	Номер градуировочного раствора						
	0	1	2	3	4	5	6
Объем стандартного раствора ДМАЭ №2, см^3	0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0
Концентрация ДМАЭ в градуировочном растворе, мг/см^3	0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0
Содержание ДМАЭ в 20,0 мм^3 градуиро-вочного раствора (или в 1,0 см^3 элюата), мкг	0	20	40	80	120	160	200,0
Содержание ДМАЭ в хроматографируемом объеме, мкг	0	0,04	0,08	0,16	0,24	0,32	0,40

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

$$\tilde{N}_{\tilde{A}Đ} = \frac{\tilde{N}_2 \cdot V_{\tilde{n}\grave{o}}}{V_{\hat{e}}}, \text{ где}$$

C_2 – массовая концентрация ДМАЭ в стандартном растворе № 2, мг/см^3;

$V_{ст}$ – объем стандартного раствора № 2, см^3;

V – объем мерной колбы, см^3.

Точное значение содержания ДМАЭ в 20,0 мм^3 градуировочного раствора (или в 1,0 см^3 элюата) ($m_{ГР}$, мкг) рассчитывают по формуле:

$$m_{\tilde{A}Đ} = \frac{\tilde{N}_{\tilde{A}Đ} \cdot 0,02}{1000}.$$

Содержание ДМАЭ в хроматографируемом объеме ($a_{ГР}$, мкг) рассчитывают по формуле:

$$\grave{a}_{\tilde{A}Đ} = \frac{m_{\tilde{A}Đ} \cdot 2}{1000}.$$

Стандартная расширенная неопределенность процедуры приготовления градуировочных растворов не превышает 2,0 %. Растворы используют в день приготовления.

9.7. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика ДМАЭ от его массы, содержащейся в объеме вводимой в хроматограф пробы, устанавливают по методу абсолютной градуировки по шести сериям растворов и холостой пробе из пяти измерений, выполненным в условиях повторяемости в каждой серии.

Для получения исходных данных, на основании которых устанавливают градуировочную характеристику, в сорбционные трубки, предварительно вынув стекловату, наносят на сорбент микрошприцем 20,0 мм^3 соответствующего градуировочного раствора и закрывают стекловатой. Расположив трубку вертикально, с другого конца трубки приливают по каплям этиловый спирт. Собирают первую порцию прошедшего через трубку элюата в мерный сосуд-виалу вместимостью 1,0 см^3 до метки, после чего прекращают добавлять спирт в трубку. Всего требуется 2—3 см^3 спирта, степень десорбции не менее 98 %.

Отбирают микрошприцем 2 мм^3 элюата и анализируют на газовом хроматографе.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

Режим ввода пробыделение потока	1 : 20
Температура испарителя	180 °С
Температура детектора	150 °С

Температура хроматографической колонки в течение 5 мин 40 °С затем нагрев со скоростью 5 °С/мин до температуры 120 °С

Скорость потока газа-носителя	0,41 см^3/мин
Скорость поддува газа-носителя	25 см^3/мин
Скорость потока водорода	25 см^3/мин
Скорость потока воздуха	250 см^3/мин
Объем вводимой пробы	2 мм^3
Время удерживания ДМАЭ	10 мин 15 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 ДМАЭ ($a_{ДМАЭ}$, мкг) в хроматографируемом объеме раствора.

9.9. 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 в градуировочной смеси;

– рассчитывают среднее квадратичное отклонение измерений площадей хроматографических пиков для *i*-го градуировочного раствора (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:

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

$t_{f,\,p}$ – 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:

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

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 измерений градуировочную характеристику устанавливают заново.

10. Отбор проб воздуха

Отбор проб следует проводить с учётом требований ГОСТ 12.1.005—88 и Руководства Р 2.2.2006—05 (прилож. 9, обязательное), п. 2 «Контроль соответствия максимально-разовым ПДК».

Воздух с объемным расходом 0,4 дм^3/мин аспирируют через сорбционную трубку. Для измерения ДМАЭ в воздухе рабочей зоны в диапазоне массовых концентраций от 2 до 20 мг/м^3 достаточно отобрать 10 дм^3 воздуха. Пробы можно хранить в эксикаторе в холодильнике в течение трех суток. Отобранные пробы закрывают заглушками и помещают в пробирки с притертыми пробками.

Срок хранения проб – 3 дня в холодильнике.

11. Выполнение измерения

Сконцентрированный на сорбенте ДМАЭ извлекают так же, как и при анализе градуировочных растворов, и анализируют в условиях, описанных в п. 9.7.

Количественное определение содержания анализируемого вещества в растворе проводят по предварительно установленной градуировочной характеристике.

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 ДМАЭ в общем объеме элюата

Содержание ДМАЭ в общем объеме элюата, ($m_{1(2)}$, мкг) рассчитывают по формуле:

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

$a_{1(2)}$ – содержание ДМАЭ в объеме вводимой в хроматограф пробы, рассчитанное по градуировочной характеристики, для двух измерений, выполненных в условиях повторяемости, мкг;

V_1 – объем элюата, взятый для анализа, V_1 = 2 мм^3;

V_2 – общий объем элюата, мм^3, V_2 = 1 000 мм^3.

12.2 Контроль повторяемости

При каждом измерении проводят контроль повторяемости. Результат контроля признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|m_1 - m_2| \le r, \text{ где}$$

$m_{1(2)}$ – значения результатов измерений содержания ДМАЭ в общем объеме элюата, полученных в условиях повторяемости, мкг;

r – предел контроля 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 анализа принимают значение среднего арифметического результатов измерений содержания ДМАЭ в общем объеме элюата, полученных в условиях повторяемости.

При отрицательном заключении о контроле повторяемости дополнительно получают ещё один результат измерений. Если при этом диапазон ($m_{max} - m_{min}$) мкг из результатов трёх измерений равен или менее критического диапазона для трёх измерений CR_r(из 3), мкг, рассчитанного по формуле: CR_{r5}(из 3) = 1,19·r (где r – значение характеристики повторяемости, приведённое в табл. 3), то в качестве результата испытания фиксируется среднее арифметическое значение результатов трёх измерений.

При превышении критического диапазона для трёх измерений в качестве результата испытания 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 измерений

Массовая концентрация ДМАЭ (C, мг/м^3) в воздухе рабочей зоны рассчитывается по формуле:

$$C = \frac{\bar{m}}{V20}, \text{ где}$$

$\bar{m}$ – содержание ДМАЭ в общем объеме элюата, мкг;

V_{20} – объем воздуха, отобранной для анализа, приведенный к стандартным условиям, дм^3 (Прилож. 1).

13. Оформление результатов измерений

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде: ($C \pm U$), мг/м^3 (P = 0,95), где C – значение результатов измерения массовой концентрации ДМАЭ, 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 ДМАЭ в воздухе рабочей зоны менее 2 мг/м^3 (более 20 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:

$$|m_1 - m_2| \le CL_{\text{Ö}\ell}\text{ , где}$$

$m_{1(2)}$ – значения результатов измерений содержания ДМАЭ 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.

Таблица 3

Значения нормативов контроля прецизионности измерений

Диапазон измерений содержания ДМАЭ в 1 см^3 элюата, мкг	Предел контроля повторяяряемости r, мкг (n = 2, P = 95 %)	Предел контроля промежуточной прецизионности CL_{TO}, мкг (m = 2, P = 95 %)
от 2,0 до 20,0 вкл.	0,21 $\overline{m}$*	0,25 $\overline{m}$**

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

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

Контроль промежуточной прецизионности проводят один раз в месяц.

15. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов (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