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 2-бензил-4-хлорфенола (БХФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии

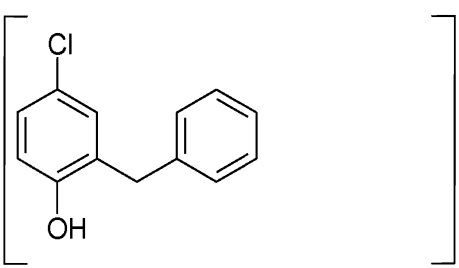
Методические указания МУК 4.1.2244—07

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем БХФ в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии в диапазоне массовых концентраций от 0,15 до 3,0 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула $C_{13}H_{11}ClO$.

2.3. Молекулярная масса 218,68.

2.4. Регистрационный номер CAS 120-32-1.

2.5. Физико-химические свойства.

БХФ – кристаллическое вещество белого цвета, $T_{плавления}$ 47 °С, $T_{кипения}$ 327 °С, растворимость в воде 500 мг/дм^3, растворим в этиловом спирте, хлороформе, гексане. Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика

БХФ обладает сильным раздражающим действием на глаза и кожу и общетоксическим действием. При работе с ним требуется специальная защита кожи и глаз.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны 0,3 мг/м^3. Класс опасности – второй.

3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

При соблюдении всех регламентных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой метрологические характеристики результатов измерений при P = 0,95 соответствуют значениям, приведенным в табл. 1.

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 БХФ в воздухе, 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
От 0,15 до 3,0	$0{,}01C + 0{,}004$	$0{,}02C + 0{,}007$	$0{,}14C + 0{,}002$

4. Метод измерений

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

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания БХФ в хроматографируемом объеме раствора 0,005 мкг

Нижний предел измерения концентрации в воздухе 0,15 мг/м^3 (при отборе 200 дм^3 воздуха).

Метод специфичен в условиях производства БХФ. Определению не мешают фенол, 2-фенилфенол, толуол, этилбензол, 2,4- дихлорфенол.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

5.1 Средства измерений

Хроматограф газовый «Кристалл 2000М» с пламенно-ионизационным детектором	
Хроматографическая колонка капиллярная кварцевая 30м х 0,25мм с неподвижной жидкой фазой MDN-12, производство «Supelco»	
Программно-аппаратный комплекс для регистрации и обсчета хроматограмм «МультиХром», производство ЗАО «Амперсенд»	
Весы лабораторные ВЛА-200,	ГОСТ 24104—2001
Набор гирь Г-2-210	ГОСТ 7328—2001
Пипетки градуированные 4-2-1-1, 4-2-1-5, 4-2-1-10,	ГОСТ 29227—91
Микропипетки вместимостью 0,05 см^3, 2 класс точности	ГОСТ 29169—91
Колбы мерные, 2-25-2, 2-50-2	ГОСТ 1770—74
Пробоотборное устройство ПУ-2Э	ГОСреестр №14531—03
Микрошприцы марки МШ-10,	ТУ 2-833-106
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2,	ГОСТ 215—73
Барометр-анероид	ГОСТ 23696—79

5.2 Вспомогательные устройства

Фильтродержатель	ТУ 95.72.05—77
Бюксы 50/30	ГОСТ 25336—82
Ультразвуковая ванна УВМ-5	ТУ 25-7401
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
Пинцет медицинский ГОСТ 21241—89

5.3 Материалы

Мембранные фильтры диаметром 13 мм с размером пор 0,45 мм, производство «БиохимМак»
Фильтры АФА-ВП-10 ТУ 95-1892—89

5.4 Реактивы

БХФ, производство «Aldrich», №548618, содержание основного вещества не менее 95 %
Спирт этиловый, х.ч. ТУ 6-09-1710—77
Газообразные азот, ГОСТ 9293, водород ГОСТ 3022,
воздух, в баллонах с редукторами ГОСТ 1182

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 необходимо 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 инструкцией по эксплуатации прибора.

6.4. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313-03 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 стандартных 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 Приготовление растворов

9.1.1. Приготовление основного стандартного раствора БХФ с массовой концентрацией 300 мг/см^3 в этиловом спирте.

В мерной колбе вместимостью 50 см^3, содержащей приблизительно 20 см^3 этилового спирта, растворяют 1,5 г вещества, объем раствора доводят до метки этиловым спиртом, перемешивают.

Принятое опорное значение массовой концентрации БХФ в основном стандартном растворе (C_{RM}, мкг/см^3) рассчитывают по формуле:

$$C_{RM} = \frac{g \cdot k \cdot 10^3}{V}, \text{ где}$$

g – масса навески вещества, мг;

k – коэффициент, отражающий содержание основного вещества, доли единицы;

V – объем мерной колбы, см^3.

Расширенная стандартная неопределенность процедуры приготовления градуировочных растворов не превышает 2,5 %.

Раствор хранят в течение месяца в холодильнике.

9.1.2 Приготовление градуировочных растворов. Градуировочные растворы готовят в мерных колбах вместимостью 25 см^3. Для этого в каждую колбу вносят пипеткой рабочий раствор БХФ в соответствии с табл. 2, приливают этиловый спирт до метки и тщательно перемешива-

ют. Раствор №1 готовят с помощью микропипетки на 0,05 см^3, растворы № 2 – пипетки на 1 см^3, растворы №№ 3, 4 и 5 – пипетки на 5 см^3, раствор № 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.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении БХФ

Наименование величины	Номер градуировочного раствора						
	0	1	2	3	4	5	6
Объем стандартного раствора БХФ, см^3	0	0,5	1,0	1,5	2,5	5,0	10
Концентрация БХФ, мг/см^3	0	0,6	1,2	1,8	3,0	6,0	12,0
Содержание БХФ в 0,05 см^3 град. р-ра (или в 6,0 см^3 этилового спирта), мг	0	0,03	0,06	0,09	0,15	0,3	0,6
Принятое опорное значение содержания БХФ в хроматографируемом объеме пробы, мкг	0	0,005	0,010	0,015	0,025	0,050	0,100

9.2 Подготовка прибора

Общую подготовку прибора осуществляют согласно инструкции по эксплуатации.

9.3 Подготовка хроматографической колонки

Кварцевую капиллярную колонку предварительно кондиционируют, нагревая в термостате хроматографа ступенчато с (70 до 250) °С в течение 2 часов и выдерживают при 270°С в течение 4 часов. По охлаждении термостата хроматографа до комнатной температуры выход колонки подсоединяют к детектору.

9.4 Установление градуировочной характеристики

9.4.1 Получение данных для градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика БХФ 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.

Для получения исходных данных, на основании которых устанавливают градуировочную характеристику, фильтры АФА-ВП-10 помещают в бюксы, на фильтры наносят микропипеткой 0,05 $см^3$ соответствующего градуировочного раствора. В бюкс с фильтром приливают пипеткой 6 $см^3$ этилового спирта. 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. Растворы анализируют на хроматографе в порядке возрастания массовых концентраций.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

режим ввода пробы	деление потока 1:20
температура испарителя	220 °С
температура детектора	270 °С
температура хроматографической колонки	
в течение 5	150 °С;
затем нагрев со скоростью 15 °С/мин до температуры	240 °С
скорость поддува газа-носителя (азот)	25 $см^3$/мин
скорость газа-носителя	1,4 $см^3$/мин
скорость водорода	25 $см^3$/мин
скорость воздуха	250 $см^3$/мин
объем вводимой пробы	1 $мм^3$
время удерживания БХФ	11 мин 20 с

9.4.2 Контроль эффективности разделительной системы

Условия хроматографирования считаются удовлетворительными, если критерийхроматографического 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, см;

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

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

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 БХФ в объеме вводимой в хроматограф пробы, (m, мкг) и рассчитывают соответствующие градуировочные коэффициенты.

9.4.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль проводят при изменении условий анализа, но не реже 1 раза в месяц, а также после ремонта или поверки прибора. Критерием стабильности градуировочной характеристики является доверительный интервал значений площадей хроматографичес-кого пика, рассчитанный для каждого градуировочного раствора.

Рассчитывают значение среднее арифметическое значений 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-м 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 ($\overline{S}_{0i}$):

$$S_{0i} = \frac{(\sum (S_{ni} - \overline{S}_{ni})^2)^{0.5}}{(n-1)^{0.5}}.$$

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

$$\varepsilon = \frac{t_{f,p} \cdot S_{0i}}{\sqrt{n}}, \text{ где}$$

$t_{f,p}$ – коэффициент Стьюдента при f степеней свободы и двусторонней доверительной вероятности p (для $n = 6$ $f = n - 1 = 5$, $p = 0{,}95$, $t_{f,p} = 2{,}57$).

Рассчитывают доверительный интервал средних значений площадей хроматографических пиков для i-го градуировочного раствора

$\Delta S_i = \overline{S}_i \pm \varepsilon$ при P = 95 %

и границы доверительного интервала

$S_{i\,\min} = \overline{S}_i - \varepsilon$

$S_{i\,\min} = \overline{S}_i + \varepsilon$

Значение площади хроматографического пика контрольного раствора ($S_к$) должно быть внутри границ доверительного интервала: $S_{\min} \leq S_к \leq S_{\max}$. В случае невыполнения выше указанного условия для двух из трех измерений 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» и Руководство Р 2.2.2006-05, (прилож. 9), «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 ПДК БХФ достаточно отобрать 200 дм^3 воздуха. Пробы можно хранить в закрытых бюксах в холодильнике в течение трех суток.

11. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в бюкс. В бюкс с фильтром приливают пипеткой 6 см^3 этилового спирта Далее проводят все операции по п.9.4, как и при получении градуировочной характеристики. Степень десорбции БХФ с фильтра 98 %. Выполняют два измерения в условиях повторяемости (один оператор на одном приборе выполняет анализ одного раствора экстракта практически в одно и то же время).

12. Обработка результатов измерений

12.1 Расчет содержания БХФ в общем объеме раствора

Массу БХФ на фильтре ($m_{1(2)}$, мкг) рассчитывают по формуле:

$$m_{1(2)} = \frac{a_{1(2)} \cdot в}{б \cdot K}, \text{ где}$$

$a_{1(2)}$ – содержание вещества в анализируемом объеме пробы, найденное по градуировочной характеристике, для каждого измерения, мкг;

$б$ – объем пробы, взятый для хроматографирования, см^3;

$в$ – общий объем раствора пробы, см^3;

K – степень десобции с фильтра, $K = 0{,}98$.

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:

$$|т_1 - т_2| \leq CL_т, \text{ где}$$

$m_{1,2}$ – значения результатов измерений массы БХФ, 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 (P=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 массовой концентрации БХФ в воздухе

Массовую концентрацию БХФ (С, мг/м^3) в воздухе рассчитывают по формуле:

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

V_{20} – объем отобранной пробы воздуха, приведенный к стандартным условиям, дм^3 (см. прилож. 1).

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—12.4;

значение расширенной неопределенности для каждого результата КХА, приведенное в табл. 1, при $p = 0,95$

13.2 Потокол результатов измерения

Результаты измерений концентраций БХФ 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 измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, установленного данными МУК, то результат представляют в виде «массовая концентрация БХФ в воздухе рабочей зоны менее 0,15 мг/м^3 (более 3,0 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 БХФ в этиловом спирте.

Принятое опорное значение содержания БХФ в образце для контроля, аттестованное по процедуре приготовления, (m_{RM}) составляет 0,03—0,6 мг. Для приготовления образца для контроля 0,5 см^3 соответствующего градуировочного 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 правильности в 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 БХФ на фильтрах, полученные в условиях воспроизводимости, мкг; CLR – предел контроля промежуточной прецизионности, приведённый в табл. 3.

Таблица 3

Значения нормативов контроля качества измерений

Диапазон измерений содержания БХФ в образце для контроля, мг	Предел контроля повторяемости, CL_r мг (n=2, p = 0,95)	Предел контроля промежуточной прецизионности, CL_R мг (l =2, p = 0,95)	Пределы контроля точности для диапазона 0,030—0,60 мг в контрольном образце (p = 0,90), мг	
			LCL	*UCL*
от 0,030 до 0,600 вкл.	0,03 $\overline{m}$ *+0,003	0,06 $\overline{m}$ **+0,005	$m_{RM} - 0{,}10m_{RM}$	$m_{RM} - 0{,}10m_{RM}$

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

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

m_{RM} – принятое опорное значение содержания БХФ в образце для контроля, мг.

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:

Российский государственный медицинский университет, Н. Г. Иванов, Е. Б. Гугля.

gost.e-ecolog.ru