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 этиленкарбоната (эк, 1,3-диоксолан-2-она) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии

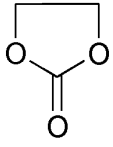
Методические указания МУК 4.1.2534—09

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа (КХА) воздуха рабочей зоны для определения в нем концентрации ЭК методом газовой хроматографии в диапазоне массовых концентраций от 10 до 100 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула: $C_3H_4O_3$
2.3. Молекулярная масса: 88,06.
2.4. Регистрационный номер CAS: 96-49-1.

2.5. Физико-химические свойства

ЭК – кристаллическое вещество белого или желтоватого цвета с фруктовым запахом, плотность 1,3210 г/см^3. $T_{плавления}$ – 34—37 °С, $T_{кипения}$ – 246,7 °С, $T_{разложения}$ – 246 °С, $T_{вспышки}$ – 150 °С (при концентрации от 3,6 до 16,1 об. %), растворимость в воде 214 г/дм^3 (при 20 °С), pH 6 при концентрации 99 г/дм^3, растворим в этиловом спирте, хлороформе. В воздухе находится в виде паров.

2.6. Токсикологическая характеристика

ЭК 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) ЭК 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 (X, мг/м^3) 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	0,13 X	5,5	0,14 X

4. Метод измерений

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

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

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

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

Определению не мешают диметилкарбонат, 2,2-диметилтиазолидин.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

5.1. Средства измерений

Хроматограф газовый «Кристалл 2000М» с пламенно-ионизацион-ным 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 Госреестр СИ №14531—03
Пипетки, 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 с пришлифованными пробками П-1-10-0,1 ХС	ГОСТ 25336
Микрошприцы марки МШ-1	ТУ 2-833-106
Термометр лабораторный шкальный 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 сорбционные из молибденового стекла, 4 мм × 100 мм	
Эксикатор	ГОСТ 25336
Ультразвуковая ванна УВМ-5	ТУ 25-7401
Бюксы 50/30	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

ЭК, содержание основного вещества не менее 99,5 %, производство Acros Organics, № 11841	
Спирт этиловый, х.ч.	ТУ 6-09-1710
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. Содержание 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. Запре-

щается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

6.7. Необходимо провести обучение работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004—90.

7. Требования к квалификации оператора

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 нормальных 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 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 притертой пробкой и хранят в эксикаторе, на дне 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.

9.3. Подготовка прибора

Общую подготовку прибора осуществляют согласно инструкции по эксплуатации.

9.4. Подготовка хроматографической колонки

Кварцевую капиллярную колонку устанавливают в термостате хроматографа, подсоединив к испарителю, и кондиционируют, нагревая

ступенчато от 50 до 150 °С в течение 2 ч и выдерживают при 150 °С в течение 4 ч. Охлаждают колонку, присоединяют выход колонки к детектору и приступают к работе.

9.5. Приготовление стандартных растворов ЭК

Навеску ЭК около, но не более, 0,125 ($m_{ЭК}$, г), взятую на весах II класса точности, вносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, содержащую 15—20 см^3 этилового спирта. Объем раствора в колбе доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают.

Рассчитывают массовую концентрацию ЭК в стандартном растворе №1 (C_1, г/см^3) по формуле:

$$\tilde{N}_1 = \frac{m_{\acute{Y}\acute{E}} \cdot \mu \cdot 0,01}{50}, \text{ где}$$

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

Стандартный раствор № 2 с массовой концентрацией ЭК 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 ЭК № 2 в соответствии с табл. 2, приливают этиловый спирт до метки и тщательно перемешивают. Растворы №№ 1 и 2 готовят с помощью пипетки на 1 см^3, № 3 – пипетки на 2 см^3, растворы №№ 4—6 – на 5 см^3.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении ЭК

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
Массовая концентрация ЭК в градуировочном растворе, $мг/см^3$	0	0,005	0,010	0,020	0,030	0,040	0,050
Принятое опорное значение содержания ЭК в хроматографиируемом объеме, мкг	0	0,005	0,010	0,020	0,030	0,040	0,050

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

$$\tilde{N}_{\text{ðð}} = \frac{\tilde{N}_2 \cdot V_{rm}}{25}, \text{ где}$$

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

C_2– концентрация стандартного раствора № 2 $см^3$.

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

Растворы используют в день приготовления.

9.7. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика ЭК от его массы, содержащейся в объеме вводимой в хроматограф 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 $мм^3$ раствора и анализируют на газовом хроматографе

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

Температура термостата колонки	140 °С
Температура испарителя	220 °С
Температура детектора	220 °С
Объем вводимой пробы	1,0 $мм^3$
Режим ввода пробыделение 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 ЭК	3 мин 42 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 ЭК (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 $см^3$ ($v_т$) 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 ЭК в анализируемой пробе m_a. Рассчитывают степень десорбции $К_Д$ 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 ЭК в хроматографируемом объеме, мкг;

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

v_a – роматографируемый 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 90 %.

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 в градуировочной смеси;

– 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:

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

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 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 ЭК 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 далее 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 ЭК в общем объеме экстракта

Содержание ЭК в общем объеме экстракта (C, мкг) рассчитывают по формуле:

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

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

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

V_2 – общий объем экстракта, мм^3.

12.2. Результат контроля

Результат контроля повторяемости признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|C_1 - C_2| \le CL_r, \text{ где}$$

$C_{(1,2)}$ – значения результатов измерений содержания ЭК, 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 ЭК, 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 (P = 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 измерения фиксируется среднее арифметическое значение результатов трёх измерений.

При превышении предела повторяемости 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 измерения

Массовая концентрация ЭК (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 ЭК в общем объеме экстракта, мкг,

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:

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

X – значение результатов измерения массовой концентрации ЭК, 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 ЭК 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:

$$|C_1 - C_2| \le CL_{TO}, \text{ где}$$

$C_{1(2)}$ – значения результатов измерений содержания ЭК 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.

Контроль промежуточной прецизионности проводят один раз в месяц.

14.2. Контроль правильности

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

Принятое опорное значение содержания ЭК 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 стандартного раствора № 2 наносят на сорбент. Расширенная стандартная неопределенность процедуры приготовления образца не превышает 3 %.

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:

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

$C_к$ – 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 ДФК 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.	$0{,}04\,\overline{C}$ *	$0{,}05\,\overline{C}$ **	$C_{RM} - 0{,}12C_{RM}$	$C_{RM} + 0{,}1C_{RM}$

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

$\overline{C}$ ** – 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 (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