Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Методические указания МУК 4.1.1296—4.1.1309—03

Выпуск 39

Издание официальное

Москва • 2005

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Методические указания
МУК 4.1.1296—4.1.1309—03

Выпуск 39

ББК 51.21
И37
И37 **Измерение** концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний. Вып. 39 —М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2005.—159 с.

ISBN 5—7508—0572—7

1. Разработан сотрудниками Казанского ОАО «Казаньоргсинтез».

2. Подготовлен: Л. Г. Макеева, Г. В. Муравьева, Е. М. Малинина, С. М. Попова, Е. Н. Грицун, Г. Ф. Громова (НИИ медицины труда РАМН), при участии А. И. Кучеренко (Департамент госсанэпиднадзора Минздрава России).

3. Рекомендован к утверждению на совместном заседании группы Главного эксперта Комиссии по проблеме «Лабораторно-инструментальное дело и метрологическое обеспечение» и методбюро п/секции «Промышленно-санитарная химия» Проблемной комиссии «Научные основы медицины труда».

4. Утвержден и введен в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации 30.03.03.

5. Введен впервые.

ББК 51.21

ISBN 5—7508—0572—7

© Роспотребнадзор, 2005
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2005

Содержание

Газохроматографическое измерение массовых концентраций 2-аминоэтанола (моноэтаноламина) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1296—03 6

Фотометрическое измерение массовых концентраций бензоилхлорида (хлористого бензоила) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1297—03 18

Газохроматографическое измерение массовых концентраций бензола, изопропилбензола, пропан-2-она (ацетона) и этилбензола в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1298—03 28

Газохроматографическое измерение массовых концентраций ацетальдегида, оксирана (оксида этилена) и 1,2-эпоксипропана (оксида пропилена) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1299—03 40

Газохроматографическое измерение массовых концентраций, метанола, н-бутанола и п-ксилола в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1300—03 51

Газохроматографическое измерение массовых концентраций бутан-2-она (метилэтилкетона) и 2-метилпропан-2-ола (трет-бутанола) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1301—03 61

Газохроматографическое измерение массовых концентраций гептана, тетрахлорметана (четыреххлористого углерода) и толуола в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1302—03 71

Фотометрическое измерение массовых концентраций 1,1-диметилэтилпероксобензоата (третбутилпербензоата), бутан-2-он пероксида (пероксида метилэтилкетона), 1-метил-1-фенилэтилгидропероксида (изопропилбензола гидропероксида), пероксида водорода, трет-бутилгидропероксида в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1303—03 82

Газохроматографическое измерение массовых концентраций 3а,4,7,7а-тетрагидро-4,7-метано-1Н-индена (дициклопентадиена) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1304—03 95

Газохроматографическое измерение массовых концентраций тетрагидрофурана в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1305—03 104

Газохроматографическое измерение массовых концентраций углеводородов: метана, этана, этилена, пропана, пропилена, н-бутана, α-бутилена, изопентана в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1306—03 113

Газохроматографическое измерение массовых концентраций уксусной кислоты этилового эфира (этилацетата), этенилацетата (винилацетата) и этанола в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1307—03 127

Фотометрическое измерение массовых концентраций фосфора трихлорида (треххлористого фосфора) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1308—03 138

Газохроматографическое измерение массовых концентраций этан-1,2-диола (моноэтиленгликоля) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1309—03 148

Указатель основных синонимов 158

Введение

Сборник методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (Вып. 39) разработаны с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и являются обязательными при осуществлении санитарного контроля.

Включенные в данный сборник 14 методик контроля 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» и ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений».

Методики выполнены с использованием современных методов исследования и дают возможность контролировать концентрации химических веществ на уровне и ниже их ПДК в воздухе рабочей зоны, установленных ГН 2.2.5.686—98 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

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
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
30 марта 2003 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое измерение массовых концентраций углеводородов: метана, этана, этилена, пропана, пропилена, н-бутана, α-бутилена, изопентана в воздухе рабочей зоны

Методические указания МУК 4.1.1306—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный анализ воздуха рабочей зоны на содержание углеводородов газохроматографическим методом в диапазонах массовых концентраций, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Определяемый компонент	ПДК, мг/м^3	Диапазон измерений, мг/м^3
Предельные углеводороды: метан, этан, пропан, н-бутан, изопентан	300	2—1500
Непредельные углеводороды: этилен, пропилен, α-бутилен	100	2—500

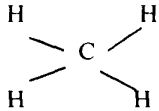
Метод специфичен в производстве этилена и полиэтилена.

Определению не мешают ароматические углеводороды, ацетон, четыреххлористый углерод, тетрагидрофуран, дициклопентадиен.

2. Характеристика веществ

2.1. Метан

2.1.1. Структурная формула:



2.1.2. Эмпирическая формула: CH_4.

2.1.3. Молекулярная масса: 16,04.

2.1.4. Физико-химические свойства. Метан – газ, температура кипения минус 161,6 °С, плотность d_4^{20}= 0,416 (при температуре кипения), растворимость в воде 0,0024 % масс. при 20 °С.

Агрегатное состояние в воздухе – газ.

2.1.5. Токсикологическая характеристика. Наркотик, действие которого ослабляется ничтожной растворимостью в воде и крови.

Класс опасности – четвертый.

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны 300 мг/м^3.

2.2. Этан

2.2.1. Структурная формула: CH_3—CH_3.

2.2.2. Эмпирическая формула: C_2H_6.

2.2.3. Молекулярная масса: 30,05.

2.2.4. Физико-химические свойства. Этан – газ, температура кипения минус 88,6 °С, плотность d_4^{20}= 0,546 (при температуре кипения), в воде не растворим.

Агрегатное состояние в воздухе – газ.

2.2.5. Токсикологическая характеристика. Также как метан.

Класс опасности – четвертый.

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны 300 мг/м^3.

2.3. Пропан

2.3.1. Структурная формула: CH_3—CH_2—CH_3.

2.3.2. Эмпирическая формула: C_3H_8.

2.3.3. Молекулярная масса: 44,09.

2.3.4. *Физико-химические свойства.* Пропан – газ, температура кипения минус 42,1 °С, плотность d_4^{20}= 0,508 (в жидком состоянии, под давлением), в воде практически не растворим.

Агрегатное состояние в воздухе – газ.

2.3.5. Токсикологическая характеристика. Обладает слабым наркотическим действием.

Класс опасности – четвертый.

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны 300 мг/м^3.

2.4. н-Бутан

2.4.1. Структурная формула: $CH_3—CH_2—CH_2—CH_3$.

2.4.2. Эмпирическая формула: C_4H_{10}.

2.4.3. Молекулярная масса: 58,12.

2.4.4. Регистрационный номер по CAS 106-97-8.

2.4.5. *Физико-химические свойства.* н-Бутан – газ, температура кипения минус 0,5 °С, плотность d_4^{20}= 0,5788 (в жидком состоянии), растворим в органических растворителях, не растворим в воде.

Агрегатное состояние в воздухе – газ.

2.4.6. *Токсикологическая характеристика.* Вредно действует на нервную систему.

Класс опасности – четвертый.

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны 300 мг/м^3.

2.5. Изопентан

2.5.1. Структурная формула:

$$CH_3—\underset{\displaystyle CH_3}{\underset{|}{CH}}—CH_2—CH_3$$

2.5.2. Эмпирическая формула: C_5H_{12}.

2.5.3. Молекулярная масса: 71,16.

2.5.4. *Физико-химические свойства.* Изопентан – бесцветная легкокипящая жидкость, температура кипения 27,9 °С, плотность d_4^{20}= 0,620, растворим в органических растворителях, в воде нерастворим.

Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.5.5. *Токсикологическая характеристика.* Обладает наркотическим действием.

Класс опасности – четвертый.

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны 300 мг/м^3

2.6. Этилен

2.6.1. Структурная формула: $H_2C=CH_2$

2.6.2. Эмпирическая формула: C_2H_4.

2.6.3. Молекулярная масса: 28,05.

2.6.4. *Физико-химические свойства.* Этилен – газ, температура кипения минус 103,8 °С, плотность d_4^{20}= 0,570 (при температуре кипения), растворимость в воде 0,116 $см^3/см^3$ при 16 °С.

Агрегатное состояние в воздухе – газ.

2.6.5. *Токсикологическая характеристика.* Наркотик.

Класс опасности – четвертый.

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны 100 $мг/м^3$.

2.7. Пропилен

2.7.1. Структурная формула: $H_2C{=}CH{—}CH_3$.

2.7.2. Эмпирическая формула: C_3H_6.

2.7.3. Молекулярная масса: 42,08.

2.7.4. *Физико-химические свойства.* Пропилен – газ, температура кипения минус 117,7 °С, плотность d_4^{20}= 0,610 (при температуре кипения), растворим в органических растворителях, растворимость в воде 0,446 $см^3/см^3$ при 20 °С.

Агрегатное состояние в воздухе – газ.

2.7.5. *Токсикологическая характеристика.* Действует как этилен, но немного сильнее.

Класс опасности – четвертый.

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны 100 $мг/м^3$.

2.8. α-Бутилен

2.8.1. Структурная формула: $H_2C = CH — CH_2 — CH_3$.

2.8.2. Эмпирическая формула: C_4H_8.

2.8.3. Молекулярная масса: 56,10.

2.8.4. *Физико-химические свойства.* α-Бутилен – газ, температура кипения минус 6,3 °С, плотность d_4^{20}= 0,630 при 10 °С, хорошо растворим в спирте и эфире, очень плохо в воде.

Агрегатное состояние в воздухе – газ.

2.8.6. *Токсикологическая характеристика.* Наркотик, раздражающий верхние дыхательные пути.

Класс опасности – четвертый.

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны 100 $мг/м^3$.

3. Погрешность измерений

Настоящая методика обеспечивает выполнение измерений углеводородов с погрешностями, не превышающими ± 16 % при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерение массовых концентраций углеводородов выполняют газохроматографическим методом с использованием пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб воздуха проводят без концентрирования.

Нижний предел измерения содержания вышеперечисленных углеводородов в хроматографируемом объеме 0,0040 мкг.

Нижний предел измерения концентрации углеводородов C_1—C_5, указанных выше, в воздухе 2,0 мг/м^3.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

5. 1. Средства измерений и вспомогательные устройства

5.1.1.Хроматограф лабораторный «Цвет-100» или любого типа, укомплектованный: • пламенно-ионизационным детектором; • стальной насадочной колонкой длиной 300 см, внутренним диаметром 0,3 см.	
5.1.2. Весы лабораторные общего назначения 2 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г	ГОСТ 24104
5.1.3. Гири общего назначения Г-2-210	ГОСТ 7328
5.1.4. Лупа измерительная	ГОСТ 8309
5.1.5. Секундомер	ТУ 25—1819.0021—90
5.1.6. Мыльно-пенный измеритель расхода газов	ГОСТ 29251
5.1.7. Электрошкаф лабораторный, пределы регулирования температуры от 90 до 400 °С, точность регулирования ± 2 °С.	
5.1.8. Шприц цельностеклянный вместимостью 100 см^3	ТУ 64—1—1279—75

5.1.9. Линейка измерительная	ГОСТ 427
5.1.10.Электроплитка для водяной бани	ГОСТ 14919
5.1.11. Цилиндр мерный 1-50-2 или 1-100-2	ГОСТ 1770
5.1.12. Чашка выпарительная фарфоровая 4 или 5	ГОСТ 9147
5.1.13. Стакан В-1-50 или В-1-100	ГОСТ 25336
5.1.14. Комплект поверочных газовых смесей, содержащих предельные углеводороды от 2 до 1500 мг/м^3 и непредельные углеводороды от 2 до 500 мг/м^3 в азоте, ГСО 6111—91, ВНИИУС, г. Казань.	

Допускается применение других средств измерения, устройств и посуды, метрологические и технические характеристики которых не хуже указанных.

5.2. Материалы и реактивы

5.2.1. Алюминий оксид	ТУ 6—09—3916—75
5.2.2. Натрия гидроксид, хч	ГОСТ 4328
5.2.3. Азот газообразный	ГОСТ 9293
5.2.4. Водород	ГОСТ 3022
5.2.5. Воздух сжатый, для питания КИП	ГОСТ 11882
5.2.6. Дистиллированная вода	ГОСТ 6709
5.2.7. Стекловолокно	ГОСТ 10146

Допускается использование реактивов квалификации осч, чда и хч.

6. Требования безопасности

6.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами согласно ГОСТ 12.1.007—76.

6.2. При выполнении измерений с использованием хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79.

6.3. Организацию обучения безопасности труда работающих проводят согласно ГОСТ 12.0.004—76.

6.4. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 150 кгс/см^2 необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением».

6.5. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности согласно ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения согласно ГОСТ 12.4.009—83.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим и среднеспециальным образованием, имеющих навыки работы с хроматографом.

8. Условия проведения измерений

8.1. При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха (15—25) °С;
- влажность воздуха не более 80 % при температуре 25 °С;
- атмосферное давление (97,3—104,0) кПа [(730—780 мм рт. ст.)];
- напряжение в сети (220 ± 10) В;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц;
- отсутствие веществ, вызывающих коррозию прибора.

8.2. Условия хроматографического анализа:

- температура термостата колонок (50 ± 5) °С;
- температура испарителя (50 ± 5) °С;
- расход газа – носителя азота (2,0 ± 0,2) $дм^3$/ч;
- расход водорода (2,0 ± 0,2) $дм^3$/ч;
- расход воздуха (20 ± 1) $дм^3$/ ч;
- объем вводимой пробы 2 $см^3$;
- скорость диаграммной ленты 240 мм/ч.

8.3. Времена удерживания определяемых веществ:

- метан – 1 мин 40 с;
- этан – 2 мин 20 с;
- этилен – 2 мин 50 с;
- пропан – 4 мин 00 с;
- пропилен – 6 мин 20 с;
- н-бутан – 9 мин 15 с
- α-бутилен – 16 мин 10 с;
- изопентан – 25 мин 20 с.

9. Подготовка к выполнению измерений

9.1. Подготовка прибора

Подготовку хроматографа к работе проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.2. Подготовка колонки

Новую колонку прокаливают при температуре (300—400) °С в течение (1—2) ч и промывают последовательно содовым раствором, водой, органическими растворителями – толуолом или бензолом, затем ацетоном и продувают воздухом или азотом.

9.3. Приготовление сорбента

Гранулированный оксид алюминия измельчают и отсеивают фракцию (0,2—0,4) мм. Отмывают дистиллированной водой от пыли, высушивают в сушильном шкафу при температуре (110—120) °С до удаления влаги. Далее повышают температуру до (200—220) °С, выдерживают оксид алюминия в течение (2—3) ч, затем его охлажденным обрабатывают раствором щелочи. Отмеряют 30 $см^3$ высушенного оксида алюминия, высыпают во взвешенный с точностью до второго десятичного знака стеклянный стаканчик и взвешивают с той же точностью. В таком же стаканчике взвешивают гидроксид натрия с точностью до четвертого десятичного знака в количестве 5 % от массы оксида алюминия, растворяют его в 70 $см^3$ дистиллированной воды. В выпарительную чашку выливают приготовленный раствор и высыпают навеску оксида алюминия. Оставляют для пропитки на 1 ч, периодически перемешивая. Обработанный оксид алюминия высушивают в сушильном шкафу при температуре (110—120) °С в течение трех часов.

9.4. Чистую колонку заполняют приготовленным сорбентом, закрепив слой насадки на выходах колонки тампонами из стекловолокна, устанавливают колонку в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, продувают ее газом-носителем – азотом, постепенно нагревая колонку на 50 °С через каждые 15 мин, при достижении 150 °С ее выдерживают в течение (8—10) ч, расход азота 2 $дм^3$/ч.

9.5. Отбор проб воздуха

Исследуемый воздух отбирают в цельностеклянные шприцы на 100 $см^3$, предварительно прокачав их анализируемым воздухом (7—10) раз. В одной точке должно быть последовательно отобрано не менее трех проб. Отобранные пробы воздуха сохраняются в герметично закрытых шприцах 8 ч.

9.6. Установление градуировочных характеристик

Массовую концентрацию углеводородов в воздухе рабочей зоны определяют методом абсолютной градуировки по площадям пиков.

9.6.1. Для определяемых углеводородов градуировочные коэффициенты находят, используя поверочные газовые смеси, по формуле:

$$K_i = C_i / S_i, \text{ (мг/м}^3\text{)/мм}^2\text{, где}$$

C_i – массовая концентрация определяемого компонента в поверочной газовой смеси, мг/м^3;

S_i – площадь пика определяемого компонента, мм^2.

Для установления градуировочных характеристик проводят не менее пяти параллельных измерений для каждой концентрации согласно табл. 2.

Таблица 2

Шкала поверочных газовых смесей

Концентрация углеводорода в поверочной газовой смеси, мг/м^3	Содержание углеводорода в хроматографируемом объеме, мкг	Концентрация углеводорода в поверочной газовой смеси, мг/м^3	Содержание углеводорода в хроматографируемом объеме, мкг
Метан		Этилен	
2,0	0,0040	2,0	0,004
56,0	0,1120	58,0	0,116
145,0	0,2900	25,0	0,050
403,0	0,8060	102,0	0,204
820,0	1,6400	320,0	0,640
1500,0	3,0000	500,0	1,000
Этан		Пропилен	
2,0	0,0040	2,0	0,004
59,0	0,1180	48,0	0,096
120,0	0,2400	18,0	0,036
345,0	0,6900	107,0	0,214
780,0	1,5600	285,0	0,570
1500,0	3,0000	500,0	1,000
Пропан		α - Бутилен	
2,0	0,004	2,0	0,004
72,05	0,145	44,0	0,088
165,00	0,330	24,0	0,048
332,00	0,664	102,0	0,204
940,00	1,880	263,0	0,526
1500,00	3,000	500,0	1,000

Концентрация углеводорода в поверочной газовой смеси, мг/м^3	Содержание углеводорода в хроматографируемом объеме, мкг	Концентрация углеводорода в поверочной газовой смеси, мг/м^3	Содержание углеводорода в хроматографируемом объеме, мкг
Бутан		Изопентан	
2,0	0,004	2,0	0,004
78,0	0,156	63,0	0,126
150,0	0,300	130,0	0,260
320,0	0,640	283,0	0,566
845,0	1,690	729,0	1,458
1500,0	3,000	1500,0	3,000

Проверку градуировочных коэффициентов проводят не реже 1 раза в квартал и при изменении условий анализа.

10. Выполнение измерений

Пробы воздуха после отбора выдерживают при комнатной температуре (20—30) мин. Ввод пробы в хроматографическую колонку осуществляют с помощью газового крана-дозатора. Кран-дозатор продувают не менее чем десятикратным объемом исследуемого воздуха.

Количественное содержание примесей определяют, используя предварительно установленные градуировочные характеристики.

11. Обработка и оформление результатов измерений

11.1. Компоненты выходят в следующей последовательности с временами удерживания:

- метан – 1 мин 40 с
- этан – 2 мин 20 с
- этилен – 2 мин 50 с
- пропан – 4 мин 00 с
- пропилен – 6 мин 20 с
- н - бутан – 9 мин 15 с
- α-бутилен – 16 мин 10 с
- изопентан – 25 мин 20 с.

11.2. При отсутствии автоматизированных средств обработки хроматограмм площадь хроматографического пика определяют как произведение высоты на ширину пика на середине его высоты. Высоту пика

измеряют линейкой (цена деления 1 мм), ширину – лупой (цена деления 0,1 мм). При расчете площади пика учитывают множитель шкалы, на которой записан пик.

Массовую концентрацию определяемого углеводорода в воздухе рабочей зоны рассчитывают по формуле:

$$C_i = K_i \cdot S_i \text{ мг/м}^3, \text{ где}$$

K_i – градуировочный коэффициент определяемого вещества, (мг/м^3)/мм^2;

S_i – площадь пика определяемого вещества, мм^2.

При наличии средств автоматизированной обработки хроматограмм, расчеты ведут по соответствующей компьютерной программе.

11.3. Оформление результатов измерения

Результаты количественного анализа каждого углеводорода представляют в виде:

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

Δ – характеристика погрешности, значения Δ указаны в табл. 3.

При обнаружении в воздухе рабочей зоны наличия одновременно нескольких алифатических углеводородов C_1—C_5 результат суммируют (ПДК суммы алифатических углеводородов = 300 мг/м^3).

12. Контроль погрешности методики

Таблица 3

Характеристики погрешности, нормативы оперативного контроля показателей качества результатов КХА

Компонент, диапазон измеряемых концентраций, мг/м^3	Погрешность КХА, Δ, мг/ м^3 (P = 0,95)	Норматив оперативного контроля сходимости d, мг/м^3 (P = 0,95, n = 2)	Норматив оперативного контроля воспроизводимости, D, мг/дм^3 (P = 0,95, m = 2)	Норматив оперативного контроля точности, К, мг/дм^3 (P = 0,95)
Метан 2—1500	0,095 + 0,11C	0,12 + 0,095C	0,12 + 0,095C	0,095 + 0,11C
Этан 2—1500	0,079 +0,11C	0,08 + 0,1C	0,13 + 0,11C	0,079 + 0,11C
Этилен 2—500	0,051 + 0,11C	0,074 + 0,1C	0,085 + 0,12C	0,051 + 0,11C
Пропан 2—1500	0,099 + 0,11C	0,14 + 0,12C	0,16 + 0,13C	0,099 + 0,11C

Компонент, диапазон измеряемых концентраций, мг/м^3	Погрешность КХА, Δ, мг/ м^3 (P = 0,95)	Норматив оперативного контроля сходимости d, мг/м^3 (P = 0,95, n = 2)	Норматив оперативного контроля воспроизводимости, D, мг/дм^3 (P = 0,95, m = 2)	Норматив оперативного контроля точности, К, мг/дм^3 (P = 0,95)
Пропилен 2—500	0,062 + 0,11С	0,073 + 0,11С	0,1 + 0,12С	0,062 + 0,11С
н-Бутан 2—1500	0,087 + 0,097С	0,13 + 0,087С	0,15 + 0,095С	0,087 + 0,097С
α-Бутилен 2—500	0,089 + 0,11С	0,12 + 0,12С	0,15 + 0,12С	0,089 + 0,11С
Изопентан 2—1500	0,087 + 0,097С	0,13 ++ 0,087С	0,15 + 0,095С	0,087 + 0,097С

Метрологические характеристики приведены в виде зависимости от значения массовой концентрации анализируемого компонента в пробе С (среднее арифметическое результатов параллельных определений).

12.1. Оперативный контроль сходимости

Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха или поверочные газовые смеси. Пробу анализируют в точном соответствии с прописью данной методики, получая два результата параллельных определений для каждой пробы, которые не должны отличаться друг от друга на величину допускаемых расхождений между результатами параллельных определений (норматива оперативного контроля сходимости).

$$|C_1 - C_2| < d \text{, где}$$

C_1, C_2 – результаты параллельных измерений массовой концентрации компонентов в анализируемой пробе, мг/м^3;

d – норматив оперативного контроля сходимости (допускаемые расхождения между результатами параллельных определений одной и той же пробы). Значения норматива оперативного контроля сходимости (d) вычисляют, подставляя значения C в соответствующее выражение в табл. 3.

При превышении норматива оперативного контроля сходимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива d выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

12.2. Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха или поверочные газовые смеси. Пробы анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения анализа, т. е. получают два результата анализа в разных лабораториях или в одной лаборатории, но сделанные двумя лаборантами или одним, но в разное время. Два результата анализа не должны отличаться друг от друга на величину допускаемых расхождений между результатами анализа, полученных в указанных условиях (норматива оперативного контроля воспроизводимости).

$$|C_1 - C_2| \le D, \text{ где}$$

$$C_1 = (C_{11} + C_{12}) / 2 \text{ и } C_2 = (C_{21} + C_{22}) / 2$$

C_{11}, C_{12}, C_{21}, C_{22} – параллельные определения, получаемые первым и вторым лаборантами соответственно (или одним лаборантом, но в разное время);

D – норматив оперативного контроля воспроизводимости (допускаемые расхождения между результатами анализа C_1 и C_2 одной и той же пробы). Значения норматива оперативного контроля воспроизводимости D вычисляют, подставляя значение C в соответствующее выражение в табл. 3.

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива D выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

12.3. Оперативный контроль точности

Образцами для оперативного контроля точности результатов анализа являются поверочные газовые смеси. Образцы для контроля анализируют в точном соответствии с прописью методики.

Полученный результат определения массовой концентрации компонентов в образце для контроля (C) не должен отличаться от известной концентрации углеводорода (C_0) в этих образцах на величину норматива оперативного контроля точности K, т. е.

$$|C_0 - C| \le K$$

Значения K вычисляют, подставляя значение C в соответствующее выражение в табл. 3.

Если выполняется вышеуказанное соотношение, то точность результатов анализа признают удовлетворительной. При превышении норматива оперативного контроля точности эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива K выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Периодичность оперативного контроля не реже одного раза в квартал.

13. Норма затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 3 проб требуется 3 ч.

Методические указания разработаны: Елизаровой А. Д., Устиновой Н. М. (ЦЛОАО «Казаньоргсинтез»).

Указатель основных синонимов

1. Ацетон 28
2. Винилацетат 127
3. Гидропероксид третичного бутила 82
4. Дициклопентадиен....95
5. Изопропилбензола гидропероксид....82
6. Метилэтилкетон....61
7. Моноэтаноламин....6
8. Моноэтиленгликоль 148
9. Оксид пропилена 40
10. Оксид этилена....40
11.Пероксид метилэтилкетона....82
12. Трет-бутанол....61
13. Третбутилпербензоат 82
14. Треххлористый фосфор 138
15. Хлористый бензоил....18
16. Четыреххлористый углерод....71
17. Этилацетат 127

Измерение концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний МУК 4.1.1296—1309—03

Выпуск 39

Редакторы Глазкова М. Ф., Кожока Н. В., Максакова Е. И.
Технический редактор Климова Г. И.

Подписано в печать 26.07.05

Формат 60x88/16 Печ. л. 10,0

Тираж 500 экз. Заказ 6264

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати отделением издания и редакции ЗНиСО
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребназдора
113105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение снабжения и сбыта, тел. 952-50-89

Отпечатано в филиале Государственного ордена
Октябрьской революции, ордена Трудового Красного Знамени
Московского предприятия «Первая Образцовая типография»
Федерального агентства по печати и массовых коммуникаций
115114, Москва, Шлюзовая наб., 10. Тел. 235-20-30

gost.e-ecolog.ru