Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей
и благополучия человека

Государственная система
санитарно-эпидемиологического
нормирования Российской Федерации

БЮЛЛЕТЕНЬ

НОРМАТИВНЫХ И МЕТОДИЧЕСКИХ ДОКУМЕНТОВ ГОССАНЭПИДНАДЗОРА

ОФИЦИАЛЬНОЕ ПЕРИОДИЧЕСКОЕ ИЗДАНИЕ

МОСКВА — 2015

Издается с 2000 года

Выпуск 4 (62) Декабрь

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

УЧРЕДИТЕЛЬ

Федеральное бюджетное учреждение здравоохранения «Федеральный центр гигиены и эпидемиологии» Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций (Роскомнадзор)

Свидетельство о регистрации средства массовой информации от 24 января 2012 г. ПИ № ФС77-48297

Формат 60×84/8, усл. печ. л. 16,74, заказ 152082, тираж 500 экз.

Подписано в печать 09.12.15

Оригинал-макет подготовлен к печати отделом научно-методического обеспечения ФБУЗ «Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора»

Реализация: 8 (495) 952-5089

E-mail: gost.e-ecolog.ru

Подписка
на *Бюллетень нормативных и методических документов госсанэпиднадзора* принимается во всех почтовых отделениях России.

Подписной индекс
в каталоге агентства «Роспечать» *«Газеты. Журналы»* – **79682**

Адрес редакции:

117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора

БЮЛЛЕТЕНЬ

НОРМАТИВНЫХ И МЕТОДИЧЕСКИХ ДОКУМЕНТОВ

ГОССАНЭПИДНАДЗОРА

Выпуск 4 (62), декабрь 2015

Издается с 2000 г.

НОРМАТИВНЫЕ ПРАВОВЫЕ АКТЫ

МЕТОДИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации

Главный редактор Попова А.Ю.

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Андрияшина Н.В. Орлов М.С. Селюнина С.В.
Беляев Е.Н. Прусаков О.В. Смоленский В.Ю.
Ежлова Е.Б. Сенникова В.Г. Шевкун И.Г.

© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2015

СОДЕРЖАНИЕ

НОРМАТИВНЫЕ ПРАВОВЫЕ АКТЫ

Санитарно-эпидемиологические требования к обращению с радиоизотопными приборами и их устройству: СанПиН 2.6.1.3287—15 3

Гигиенические требования при производстве и использовании хризотила и хризотилсодержащих материалов: Изм. СанПиН 2.2.3.2887—11. Утверждены постановлением Главного государственного санитарного врача от 3.07.2015 № 23 13

Предельно допустимая концентрация (ПДК) мышьяка в отходах после печей сжигания (золе) объектов по уничтожению отравляющих веществ кожно-нарывного действия: ГН 2.1.7.3200—14 15

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) изобутилового эфира метилфосфоновой кислоты в атмосферном воздухе населенных мест: ГН 2.1.7.3201—14 17

МЕТОДИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Оценка радиационного риска у пациентов при проведении рентгенорадиологических исследований: МР 2.6.1.0098—15 19

Методические рекомендации по применению метода аэрозольной дезинфекции в медицинских организациях: МР 3.5.1.0103—15 47

Определение массовой концентрации аммиака в атмосферном воздухе и воздухе замкнутых помещений методом ионной хроматографии: МУК 4.1.3181—14 53

Измерение и оценка шума на судах и морских сооружениях: МУК 4.3.3212—14 61

Измерение и оценка вибрации на судах и морских сооружениях: МУК 4.3.3213—14 70

Измерение и оценка электрических, магнитных и электромагнитных полей на судах и морских сооружениях: МУК 4.3.3214—14 79

Измерение массовых концентраций химических элементов в биосредах (кровь, моча) методом масс-спектрометрии с индуктивно связанной плазмой: МУК 4.1.3230—14 88

Измерение массовых концентраций N-нитрозоаминов (N-нитрозодиметиламин, N-нитрозодиэтиламин) в моче методом капиллярной газовой хроматографии: МУК 4.1.3231—14 107

Обнаружение патогенных микроорганизмов в пищевых продуктах и объектах окружающей среды методом фермент-связанного флуоресцентного анализа с применением автоматического анализатора: МУК 4.2.3262—15 116

Измерение массовой концентрации смеси предельных углеводородов (C_1—C_5) в атмосферном воздухе населенных мест газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектированием: МУК 4.1.3292—15 125

Измерение массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов (C_6—C_{10}) в атмосферном воздухе населенных мест газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектированием: МУК 4.1.3293—15 134

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
28 июля 2015 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов (C_6—C_{10}) в атмосферном воздухе населенных мест газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектированием

Методические указания МУК 4.1.3293—15

Свидетельство о метрологической аттестации № 222.0252/01.00258/2014.

Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода газовой хроматографии с пламенно-ионизационным детектированием для измерения массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10} в атмосферном воздухе населенных мест в диапазоне от 4 до 120 мг/м^3.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Физико-химические свойства предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10} приведены в табл. 1.

Таблица 1

Физико-химические свойства предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10}

Наименование углеводорода	Брутто-формула	Относительная молекулярная масса, а.е.м.	Плотность при 20 °С, (d^4_{20}), г/см^3	Температура кипения, °С	Регистрационный номер по CAS
н-Гексан	C_6H_{14}	86,18	0,6595	68,74	110-54-3
н-Гептан	C_7H_{16}	100,20	0,6837	98,43	142-82-5
н-Октан	C_8H_{18}	114,23	0,7026	124,67	111-65-9
н-Нонан	C_9H_{20}	128,26	0,7176	150,80	111-84-2
н-Декан	$C_{10}H_{22}$	142,29	0,7301	174,12°	124-18-5

Смесь углеводородов C_6—C_{10} представляет собой бесцветную жидкость со специфическим запахом; агрегатное состояние в воздухе: пары.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) смеси предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10} в атмосферном воздухе составляет 5 мг/м^3.

1. Погрешность измерений

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и её составляющие) результатов измере-

ний при доверительной вероятности $P = 0,95$ не превышает значений, приведенных в табл. 2 и 3 для соответствующего диапазона концентраций.

Метрологические параметры

Таблица 2

Диапазон измерений, значения показателей точности результатов измерений, получаемых по методике, стадии отбора пробы для анализа и аналитической стадии [1)]

Диапазон измерений в атмосферном воздухе, мг/м^3	Диапазон измерений массы предельных нормальных углеводородов (C_6—C_{10}) в аналитической пробе (сорбционная трубка) при отборе 0,2 дм^3 атмосферного воздуха, мкг	Показатель точности результатов измерений, получаемых по методике (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta$, %	Показатель точности стадии отбора пробы для анализа (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta_n$, %	Показатель точности аналитической стадии (границы относительной погрешности при вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta_a$, %
от 4 до 120 вкл.	от 0,8 до 24 вкл.	20	8	18

Таблица 3

Диапазон измерений, значения показателей воспроизводимости и правильности аналитической стадии

Диапазон измерений массы предельных нормальных углеводородов (C_6—C_{10}) в аналитической пробе (сорбционная трубка) при отборе 0,2 дм^3 атмосферного воздуха, мкг	Показатель воспроизводимости* аналитической стадии (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_{Ra}, %	Показатель правильности аналитической стадии (границы относительной систематической погрешности аналитической стадии при вероятности $P = 0,95$), $\pm \delta_{c,a}$, %
от 0,8 до 24 вкл.	8	9
* Установлен по результатам межлабораторного эксперимента, проведенного в 2014 г. (L = 2)		

2. Метод измерений

Измерение массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10} в атмосферном воздухе населенных пунктов выполняют газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектором (ПИД).

Концентрирование определяемых компонентов из воздуха осуществляют на сорбционные трубки, заполненные полимерным сорбентом, с последующей термодесорбцией определяемых компонентов.

Нижний предел измерения смеси предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10} в анализируемом объеме пробы – 0,8 мкг.

При отборе 0,2 дм^3 воздуха нижний предел измерения массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10} в атмосферном воздухе составляет 4 мг/м^3.

Для количественного определения компонентов применяют метод абсолютной градуировки.

[1)] Методика условно разделена на две стадии: стадию отбора пробы для анализа и аналитическую.

3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

3.1. Средства измерений

Хроматограф газовый, оснащенный пламенно-ионизационным детектором, с пределом детектирования по гексадекану или гептану $5{,}0 \times 10^{-12}$ г/с, устройством для термодесорбции проб и программным обеспечением, предназначенный для работы с капилярными колонками	
Пробоотборник воздуха 4-канальный с диапазоном расхода 0,2—1,0 $дм^3$/мин и 5,0—20,0 $дм^3$/мин и пределом допустимой погрешности ± 5 % от значения расхода	ТУ 4213-005-23136558—99
Колбы мерные вместимостью 10 $см^3$ 2-го класса точности	ГОСТ 1770—74
Микрошприцы вместимостью 10 и 25 $мм^3$	
Пипеточные дозаторы вместимостью 1,0; 5,0 и 10,0 $см^3$	
Секундомер механический, второго класса точности и пределом допустимой погрешности ± 1,0 с	ТУ 25-1894.003—90
Термометр лабораторный шкальный, цена деления 1 °С, предел измерения 0—55 °С	ТУ 25-2021.003—88
Барометр-анероид с диапазоном измерения от 60 до 110 кПа, пределы допускаемой погрешности ± 0,3 кПа	ТУ 25.04-1799—75

Примечание. Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Гексан, хч	ТУ 2631-003-05807999—98
Гептан	ГОСТ 25828—83
Октан, ч	ТУ 6-09-3748—74
Нонан, хч	ТУ 6-09-3731—74
Декан, хч	ТУ 6-09-3614—74
Метиловый спирт	ГОСТ 6995—77
Азот газообразный	ГОСТ 9293—74
Водород технический	ГОСТ 3022—80
Воздух сжатый, класс загрязненности 1	ГОСТ 17433—80

Примечание. Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией, не требующей дополнительной очистки растворителей.

3.3. Вспомогательные устройства, материалы

Трубка сорбционная (длиной 115 мм, внутренним диаметром 5 мм), заполненная пористым полимерным сорбентом на основе поли(дифенилоксида)
Кондиционер сорбционных трубок
Холодильник бытовой
Хроматографическая, капиллярная, кварцевая колонка, длиной 60 м, диаметром 0,32 мм, содержащая сорбент 100 % диметилполисилоксан (толщина пленки 1,0 мкм)

Примечание. Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При выполнении измерений массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов в атмосферном воздухе следует соблюдать требования безопасности, охраны окружающей среды, в том числе по утилизации отработанных реактивов и материалов, изложенные в МУ 2.2.016—98, а также в типовой инструкции по технике безопасности при работе в химической лаборатории. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005—88.

4.2. При работе с электроприборами соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ Р 12.1.019—09 и инструкцией по эксплуатации хроматографа.

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

4.4. Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

4.5. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 кгс/см^2), соблюдают правила безопасности по ГОСТ 12.2.085—02 «Сосуды, работающие под давлением. Клапаны предохранительные. Требования безопасности», а также ПБ 03-576—03 «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», Госгортехнадзор России, 2003 г. Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

4.6. Следует проводить обучение работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004—90.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают операторов, имеющих квалификацию химик-аналитик, прошедших производственное обучение, проверку знаний и имеющих практический опыт работы в химических лабораториях.

Оператор должен пройти соответствующий инструктаж, освоить методику в процессе тренировки, а также получить удовлетворительные результаты при проведении оперативного контроля процедуры измерений.

6. Условия измерения

При выполнении измерений массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10} в атмосферном воздухе соблюдают следующие условия в лаборатории:

– температура воздуха	(20 ± 5) °С
– относительная влажность воздуха	не более 80 % при температуре 25 °С
– атмосферное давление	(84,0—106,7) кПа; (630—800) мм рт. ст.
– напряжение в сети	(220 ± 10) В
– частота переменного тока	(50 ± 1) Гц

7. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: подготовка сорбционных трубок, подготовка хроматографической колонки, предварительное установление времени удерживания каждого из определяемых компонентов, приготовление градуировочных растворов, установление градуировочных характеристик.

7.1. Подготовка сорбционных трубок

Сорбционную трубку помещают в кондиционер сорбционных трубок и осуществляют процесс кондиционирования при расходе азота 30 см^3/мин и температуре 300 °С в течение двух часов, затем охлаждают. Анализируют подготовленные трубки для получения

холостого показания с целью подтверждения того, что термическая десорбция при холостом опыте незначительна.

7.2. Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку готовят по инструкции, прилагаемой к хроматографу. Колонку помещают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, кондиционируют в течение 24 часов в потоке газа-носителя (азота), повышая температуру от 70 до 270 °С со скоростью 5 °С/мин. После этого колонку присоединяют к детектору и продолжают кондиционировать до стабилизации нулевой линии при максимальной чувствительности прибора.

7.3. Подготовка хроматографа

Подготовку газового хроматографа проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

7.4. Приготовление смесей предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10} и градуировочных растворов

7.4.1. Приготовление основной смеси предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10} с массовой концентрацией 32 мг/см^3

В мерную колбу вместимостью 10 см^3 вносят 2 см^3 метилового спирта, добавляют рассчитанные объемы углеводородов в соответствии с табл. 4, начиная с наименее летучего, газохроматографическим шприцем вместимостью $2{,}5 \cdot 10^{-2}$ см^3, пипеточными дозаторами вместимостью 0,1 см^3 и 1,0 см^3, доводят до метки метиловым спиртом, герметично закрывают и встряхивают для перемешивания.

Таблица 4

Приготовление основной смеси предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10}

Наименование компонента	Масса компонента, мг	Ориентировочный объем компонента, см^3
н-Декан	10	0,014
н-Нонан	10	0,014
н-Октан	50	0,071
н-Гептан	200	0,295
н-Гексан	50	0,076
Примечание. Рекомендуется проводить расчет точных объемов компонентов с учетом приведенных в сопроводительной документации фактических данных о плотности реактива и массовой доли основного вещества в реактиве		

Срок хранения основной смеси при температуре (20,0 ± 5,0) °С не более 10 дней.

7.4.2. Приготовление градуировочных растворов

Приготовление градуировочных растворов (далее – ГР) проводят путем последовательного разбавления метиловым спиртом основной смеси предельных нормальных углеводородов с массовой концентрацией 32 мг/см^3 согласно табл. 4. Для этого отбирают аликвоты основной смеси, приготовленной в соответствии с п. 7.4.1, пипеточными дозаторами вместимостью 1,0 и 5,0 см^3, помещают их в мерные колбы вместимостью 10 см^3, доводят до метки метиловым спиртом.

После приготовления ГР мерные колбы герметично закрывают пробками. На колбы с растворами наклеивают этикетки с наименованием ГР, массовой концентрацией, датой приготовления. Срок хранения ГР при температуре (20,0 ± 5,0) °С не более 5 дней.

Таблица 5

Приготовление градуировочных растворов смеси предельных нормальных углеводородов в метиловом спирте

Номер градуировочного раствора	Массовая концентрация смеси предельных нормальных углеводородов в основной смеси, мг/см^3	Аликвота основной смеси предельных нормальных углеводородов, взятая для приготовления ГР, см^3	Объем мерной колбы, см^3	Массовая концентрация смеси предельных нормальных углеводородов в градуировочном растворе, мг/см^3
1	32	–	–	32
2	32	4,0	10	12,8
3	32	2,0	10	6,4
4	32	1,0	10	3,2
5	32	0,2	10	0,64

7.4.3. Определение значений времени удерживания определяемых веществ

На сорбционную трубку вводится небольшое количество паров углеводорода, трубка вставляется в термодесорбер и в условиях проведения анализа снимается хроматограмма.

7.5. Установление градуировочной характеристики

Газохроматографическим шприцем на мембрану сорбционной трубки, подключенной к пробоотборнику, с расходом воздуха 1,0 дм^3/мин вносят $1 \cdot 10^{-3}$ см^3 градуировочного раствора, приготовленного в соответствии с п. 7.4.2. Через 12 секунд пробоотборник выключают, сорбционную трубку отсоединяют от пробоотборника и помещают в камеру нагрева термодесорбера, подключенного к газовому хроматографу с пламенно-ионизационным детектором (ПИД).

Каждый градуировочный раствор хроматографируют дважды. Идентификацию определяемого компонента проводят по абсолютному времени выхода. Ориентировочное время выхода предельных нормальных углеводородов и массы углеводородов, внесенные на сорбционную трубку, приведены в табл. 6.

Таблица 6

Ориентировочное время выхода предельных нормальных углеводородов и масса, внесенная на сорбционную трубку

Наименование компонента	Ориентировочное время выхода, мин	Масса компонента, внесенная на сорбционную трубку, мкг				
		ГР 1	ГР 2	ГР 3	ГР 4	ГР 5
н-гексан	8,0 ± 0,1	5	2	1	0,5	0,1
н-гептан	8,8 ± 0,1	20	8	4	2	0,4
н-октан	9,9 ± 0,1	5	2	1	0,5	0,1
н-нонан	11,0 ± 0,1	1	0,4	0,2	0,1	0,02
н-декан	12,3 ± 0,1	1	0,4	0,2	0,1	0,02

С помощью программного обеспечения хроматографа рассчитывают площади хроматографических пиков каждого компонента смеси, данные по каждому градуировочному раствору усредняют путем расчета среднеарифметических значений аналитического сигнала.

Для каждого компонента смеси предельных нормальных углеводородов по полученным усреднённым данным с помощью стандартной программы обработки данных строят графики зависимости площади пика (pA · c) от массы соответствующего углеводорода, нанесенной на сорбционную трубку (мкг).

Градуировочную характеристику для каждого компонента смеси аппроксимируют уравнением вида:

$$S_{i\,пика} = K_i \cdot m_i, \text{ где} \quad (1)$$

m_i – масса i-го компонента, нанесенная на сорбционную трубку, мкг;

K_i – градуировочный коэффициент i-го компонента, определяемый методом наименьших квадратов;

$S_{i\,пика}$ – площадь пика i-го компонента смеси предельных нормальных углеводородов, (pA · c).

7.5.1 Условия термодесорбции

Температура восьмиходового клапана	(200,0 ± 1,0) °C
Температура интерфейса	(200,0 ± 1,0) °C
Температура фокусирующей трубки	(210,0 ± 1,0) °C
Время нагрева фокусирующей трубки	(4,0 ± 0,1) мин
Температура отдувки сорбционной трубки	(300 ± 1,0) °C
Время отдувки сорбционной трубки	(20,0 ± 0,1) мин
Температура сорбционной трубки	(180,0 ± 1,0) °C
Время нагрева сорбционной трубки	(4,0 ± 0,1) мин
Время охлаждения сорбционной трубки	(1,0 ± 0,1) мин
Объемная скорость азота через сорбционную трубку	(15,00 ± 0,01) $см^3$/мин

7.5.2. Условия хроматографического разделения

Начальная температура термостата колонки	(90,0 ± 1,0) °C
Временное плато начальной температуры термостата колонки	2 мин
Скорость подъема температуры термостата колонки	(15,0 ± 0,1) °C/мин
Конечная температура термостата колонки	(220,0 ± 1,0) °C
Временное плато конечной температуры термостата колонки	2 мин
Объемная скорость азота через колонку	(2,10 ± 0,01) $см^3$/мин
Температура детектора	(300,0 ± 1,0) °C
Скорость потока газа носителя (азота)	15,0 $см^3$/мин
Скорость потока водорода	30,0 $см^3$/мин
Скорость потока воздуха	60 $см^3$/мин

8. Отбор и хранение проб атмосферного воздуха

Отбор проб воздуха осуществляют с учетом требований ГОСТ Р ИСО 16017-1—07. Для определения массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов воздух отбирают на сорбционную трубку, подключенную к пробоотборнику с расходом воздуха 1,0 $дм^3$/мин. Через 12 секунд пробоотборник выключают, сорбционную трубку отсоединяют от пробоотборника. По окончании отбора проб оба конца каждой трубки герметично закрывают пробками. Трубки маркируют и помещают в герметичный контейнер из стекла. При отборе проб фиксируется температура воздуха и атмосферное давление. Срок хранения отобранных проб в холодильнике при температуре (5,0 ± 1,0) °C не более 1 месяца.

9. Выполнения измерений

Сорбционные трубки с отобранной пробой выдерживают в лабораторном помещении не менее 30 мин, затем помещают в камеру нагрева термодесорбера, подключенного к газовому хроматографу с ПИД.

Выполнение измерений проводят в условиях в соответствии с п. 7.5 Определяемый компонент идентифицируют по абсолютному времени выхода. Абсолютные времена выхода предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10} приведены в п. 7.5.

Для количественного обсчёта хроматограмм применяют метод абсолютной градуировки.

10. Вычисление результатов измерений

10.1. Массу каждого компонента смеси предельных углеводородов в пробах воздуха (0,2 дм^3), m_i (мкг), вычисляют по формуле:

$$m_i = \frac{S_i}{K_i}, \text{ где} \qquad (2)$$

K_i – градуировочный коэффициент определяемого компонента, (мкг/рА · с);

S_i – значение площади пика определяемого компонента, (рА · с).

10.2. Результат единичного определения, т. е. массовую концентрацию смеси предельных нормальных углеводородов в атмосферном воздухе населенных мест при фактических условиях отбора пробы, C, мг/м^3 (мкг/дм^3), рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{\sum m_i}{V}, \text{ где} \qquad (3)$$

$\sum m_i$ – сумма масс предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10}, найденных по градуировочным графикам, в отобранной пробе воздуха, мкг;

V – объем отобранной пробы воздуха, дм^3.

Для приведения значения массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10} в отобранном воздухе к нормальным условиям: температуре 273 К (0 °С) и атмосферному давлению 101,33 кПа (760 мм рт. ст.) используют формулу:

$$X = C_n = C\frac{101{,}33}{P} \times \frac{(273 + t)}{273}, \text{ где} \qquad (4)$$

C – результат измерения, полученный по формуле (3), мг/м^3;

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

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

11. Оформление результатов измерений

Результаты измерений регистрируют в протоколе испытаний, который аккредитованные лаборатории оформляют с учетом требований ГОСТ ИСО/МЭК 17025—09.

Результаты измерений массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10} в атмосферном воздухе (X, мг/м^3) представляют в виде (при подтвержденном в лаборатории соответствии аналитической процедуры требованиям настоящего документа):

$$X \pm \Delta, \quad P = 0{,}95, \text{ где}$$

X – результат измерений массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10} в атмосферном воздухе, полученный в соответствии с настоящей методикой, мг/м^3;

Δ – характеристика абсолютной погрешности измерений массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10} в атмосферном воздухе, мг/м^3, вычисляемая по формуле:

$$\Delta = 0{,}01 \cdot \delta \cdot X, \text{ где} \qquad (5)$$

δ – характеристика относительной погрешности измерений массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10} в атмосферном воздухе, по табл. 2, %.

Примечание. Числовые значения результата измерений оканчиваются цифрой того же разряда, что и значение показателя точности методики измерений (абсолютной погрешности измерений содержания смеси предельных углеводородов в атмосферном воздухе, которая не может содержать более двух значащих цифр).

Допустимо результат измерений представлять в виде:

$$X \pm \Delta_Л, \text{ мг/м}^3,$$

при условии $\Delta_Л < \Delta$, где $\Delta_Л$ – значение показателя точности измерений (доверительные границы абсолютной погрешности измерений), установленное при реализации настоящей методики в конкретной лаборатории и обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений.

12. Контроль качества результатов измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с ГОСТ Р ИСО 5725-(1-6)—02 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

12.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят ежедневно перед анализом серии проб. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее двух образцов из приведенных в п. 7.4.2).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$\left|m_{изм} - m_{атт}\right| \le K_{гр}, \text{ где} \qquad (6)$$

$m_{изм}$ – результат контрольного измерения массы н-гептана в образце для градуировки, мкг;

$m_{атт}$ – контрольное значение массы н-гептана в образце для градуировки, мкг;

$K_{гр}$ – норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг:

$$K_{гр} = 0{,}01 \cdot \delta_{гр} \cdot m_{атт}, \text{ где} \qquad (7)$$

$\delta_{гр}$ – характеристика относительной погрешности градуировочного графика н-гептана, равная 9 %.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца для исключения результата, содержащего грубый промах.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины и повторяют контроль с использованием других образцов, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новые градуировочные графики.

12.2. Оперативный контроль процедуры измерений проводят на основе оценки погрешности измерений.

12.2.1. Приготовление образцов для контроля (ОК)

Для приготовления ОК используют контрольные растворы, приготовленные в соответствии с табл. 7.

Таблица 7

Приготовление контрольных растворов смеси предельных нормальных углеводородов C_6—C_{10}, используемых для приготовления образцов для контроля

Массовая концентрация смеси предельных нормальных углеводородов в основной смеси, мг/см^3	Аликвота основной смеси предельных нормальных углеводородов, необходимая для приготовления КР, см^3	Объем мерной колбы, см^3	Массовая концентрация смеси предельных нормальных углеводородов в приготовленном КР, мг/см^3
32	7,0	10	22,40
32	4,0	10	12,80
32	0,8	10	2,56

Срок хранения контрольных растворов при температуре (20,0 ± 5,0) °С не более 5 дней.

Образцами для контроля являются сорбционные трубки (не содержащие углеводороды C_6—C_{10}) с нанесенными с помощью газохроматографического шприца вместимостью 0,01 см^3 контрольными растворами, приготовленными в соответствии с табл. 7. Газохроматографическим шприцем на мембрану сорбционной трубки, подключенной к пробоотборнику с расходом воздуха 1 дм^3/мин, вносят $1 \cdot 10^{-3}$ см^3 одного из контрольных растворов, приготовленных в соответствии с табл. 7. Через 12 секунд пробоотборник выключают, сорбционную трубку отсоединяют от пробоотборника и помещают в камеру нагрева термодесорбера, подключенного к газовому хроматографу с пламенно-ионизационным детектором (ПИД).

Таблица 8

Приготовление образцов для контроля

Значение массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов в КР, используемом для приготовления ОК, мг/см^3	Объем аликвоты КР смеси предельных нормальных углеводородов, нанесенной на сорбционную трубку, см^3	Значение массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов в ОК, мг/м^3	Границы погрешности значения массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов в ОК, ± $Д_{кз}$, мг/м^3
22,40	0,001	112,0	7,3
12,80	0,001	64,0	4,2
2,56	0,001	12,8	0,8

Образцы для контроля используют свежеприготовленными.

12.2.2. Оперативный контроль на основе оценки погрешности измерений с использованием образцов для контроля

Оценку погрешности измерений осуществляют путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры $K_к$ с нормативом контроля K. Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = X - C, \text{ где} \quad (8)$$

C – значение массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов в ОК, мг/м^3;

X – результат контрольного измерения массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов в ОК, мг/м^3.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta_л, \text{ где} \quad (9)$$

$\Delta_л$ – значение характеристики погрешности результатов измерений, мг/м^3, установленное при реализации настоящей методики в конкретной лаборатории, обеспечиваемое контролем стабильности результатов измерений, соответствующее значению массовой концентрации смеси предельных нормальных углеводородов в ОК и рассчитанное по формуле:

$$\Delta_л = 0{,}01 \cdot \delta_л \cdot C \qquad (10)$$

Результат оперативного контроля аналитической стадии процедуры измерений признают удовлетворительным при выполнении условия

$$|K_к| \le K \qquad (11)$$

При невыполнении условия (11) оперативный контроль повторяют. При повторном невыполнении условия (11) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

12.3. Периодичность оперативного контроля аналитической стадии процедуры измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений при реализации аналитической стадии методики и контроля правильности реализации стадии отбора проб атмосферного воздуха регламентируют во внутренних документах лаборатории.

Методические указания разработаны ФГУП «Научно-исследовательский институт гигиены, профпатологии и экологии человека» Федерального медико-биологического агентства России (Т. А. Кузнецова, В. С. Хрусталева, Е. Ю. Карманов, А. С. Стрелецкий, А. Е. Минкович).

gost.e-ecolog.ru