

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Измерение массовой концентрации  
смеси предельных углеводородов (C<sub>1</sub>—C<sub>5</sub>)  
в атмосферном воздухе населенных мест  
газохроматографическим методом  
с пламенно-ионизационным  
детектированием**

Методические указания  
МУК 4.1.3292—15

Издание официальное

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

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Измерение массовой концентрации смеси  
предельных углеводородов (C<sub>1</sub>—C<sub>5</sub>)  
в атмосферном воздухе населенных мест  
газохроматографическим методом  
с пламенно-ионизационным детектированием**

**Методические указания  
МУК 4.1.3292—15**

ББК 51.21  
ИЗ7

ИЗ7 **Измерение** массовой концентрации смеси предельных углеводородов ( $C_1—C_5$ ) в атмосферном воздухе населенных мест газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектированием: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2015.—15 с.

ISBN 978—5—7508—1387—2

1. 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. Е. Минкович, А. С. Стрелецкий, Т. А. Зарецкая).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 22 мая 2015 г. № 1).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 28 июля 2015 г.

4. Введены впервые.

**ББК 51.21**

ISBN 978—5—7508—1387—2

© Роспотребнадзор, 2015

© Федеральный центр гигиены и  
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2015

## 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  
углеводородов (C<sub>1</sub>—C<sub>5</sub>) в атмосферном воздухе  
населенных мест газохроматографическим методом  
с пламенно-ионизационным детектированием**

**Методические указания  
МУК 4.1.3292—15**

Свидетельство о метрологической аттестации № 222.0012/01.00258/2015.

Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода газовой хроматографии для измерения массовой концентрации смеси предельных углеводородов C<sub>1</sub>—C<sub>5</sub> в атмосферном воздухе населенных мест в диапазоне от 40 мг/м<sup>3</sup> до 6 500 мг/м<sup>3</sup>.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Физико-химические свойства предельных углеводородов C<sub>1</sub>—C<sub>5</sub> приведены в табл. 1.

Таблица 1

Физико-химические свойства предельных углеводородов C<sub>1</sub>—C<sub>5</sub>

Наименование углеводорода	Брутто-формула	Относительная молекулярная масса, а.е.м.	Температура самовоспламенения, °С	Температура кипения, °С	Регистрационный номер по CAS
Метан	C <sub>1</sub> H <sub>4</sub>	16,04	537,8	-161,6	74-82-8
Этан	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	30,07	472,0	-88,6	74-84-0
Пропан	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	44,10	466,0	-42,1	74-98-6
Изобутан	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	58,12	462,2	-11,73	75-28-5
н-Бутан	C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	58,12	405,0	-0,5	106-97-8
Изопентан	C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	72,15	427,0	27,9	78-78-4
н-Пентан	C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	72,15	287,0	36,1	109-66-0

Смесь углеводородов  $C_1$ — $C_5$  представляет собой бесцветный газ со специфическим запахом.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) смеси предельных углеводородов  $C_1$ — $C_5$  в атмосферном воздухе составляет  $50 \text{ мг/м}^3$ .

### 1. Погрешность измерений

При соблюдении всех регламентируемых условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерения при доверительной вероятности  $P = 0,95$  не превышает значений, приведенных в табл. 2 для соответствующего диапазона концентраций.

#### Метрологические параметры

Таблица 2

Диапазоны измерений, значения показателей повторяемости, воспроизводимости, правильности и точности результатов измерений

Диапазон измерений в атмосферном воздухе, $\text{мг/м}^3$	Диапазон измерений при отборе $0,5 \text{ см}^3$ атмосферного воздуха, $\text{мкг}$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_{\text{Повт}}, \%$	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_{\text{Восп}}, \%$	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$ ), $\pm \delta_c, \%$	Показатель точности (границы относительной погрешности при доверительной вероятности $P = 0,95$ ), $\pm \delta, \%$
от 40 до 6 500 вкл.	от 0,02 до 3,25 вкл.	5	9	11	24

### 2. Метод измерений

Измерение массовой концентрации смеси предельных углеводородов  $C_1$ — $C_5$  в атмосферном воздухе населенных мест выполняют газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектором (ПИД).

Отбор воздушных проб проводится без концентрирования в медицинские шприцы.

При отборе  $0,5 \text{ см}^3$  воздуха нижний предел измерения смеси предельных углеводородов  $C_1$ — $C_5$  в анализируемом объеме пробы – 20  $\text{мкг}$ .

Нижний предел измерения массовой концентрации смеси предельных углеводородов  $C_1$ — $C_5$  в атмосферном воздухе  $40 \text{ мг/м}^3$  при анализе  $0,5 \text{ см}^3$  воздуха.

Количественное определение проводится методом абсолютной калибровки.

### 3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства, материалы

#### 3.1. Средства измерений

Хроматограф газовый, оснащенный пламенно-ионизационным детектором с пределом детектирования по пропану $5,0 \times 10^{-12}$ г/с, программным обеспечением, предназначенный для работы с капиллярными колонками	
Барометр-анероид с диапазоном измерения от 60 до 110 кПа, пределы допускаемой погрешности $\pm 0,3$ кПа	ТУ 25.04-1799—75
Термометр лабораторный шкальный, цена деления 1 °С, предел измерения 0—55 °С	ТУ 25-2021.003-- 88
Микрошприцы для газовой хроматографии вместимостью 100 мм <sup>3</sup> ; 1, 5, 10 см <sup>3</sup> утвержденных типов	Номера по Госреестру: 39206—08, 54826—13
Мерные цилиндры вместимостью 25 и 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770—74

**Примечание.** Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими характеристиками.

#### 3.2. Реактивы

Азот газообразный	ГОСТ 9293—74
Водород технический	ГОСТ 3022—80
Воздух сжатый, класс загрязненности I	ГОСТ 17433—80
Гелий газообразный высокой чистоты	ТУ 0271-001-45905715 --02
Смесь предельных углеводородов C <sub>1</sub> —C <sub>5</sub> (метан, этан, пропан, изобутан, бутан, изопентан, пентан)	СОП 275-ВНИИМ
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72

**Примечание.** Допускается использование других реактивов с аналогичной или более высокой квалификацией.

#### 3.3. Вспомогательные средства измерений, устройства, материалы

Хроматографическая кварцевая капиллярная колонка длиной 60 м с внутренним диаметром

0,53 мм с фазой из сшитого полистирола и дивинилбензола (толщина пленки 20 мкм)  
Шприц медицинский вместимостью 25 см<sup>3</sup>  
Виалы стеклянные вместимостью 22 см<sup>3</sup>  
Виалы стеклянные вместимостью 125 см<sup>3</sup>  
Септы тефлоновые, диаметр 20 мм  
Колпачки алюминиевые с открытым центром, диаметр 20 мм

Приспособление для обжима колпачков ПОК-1 Н ТУ 42-2-2442—78

**Примечание.** Допускается применение оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

#### **4. Требования безопасности**

4.1. При выполнении измерений массовой концентрации смеси предельных углеводородов в атмосферном воздухе следует соблюдать требования безопасности, охраны окружающей среды, изложенные 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<sup>2</sup>), соблюдают правила безопасности по ГОСТ 12.2.085—02 «Сосуды, работающие под давлением. Клапаны предохранительные. Требования безопасности». Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

4.6. Следует проводить обучение работающих безопасностям труда согласно ГОСТ 12.0.004—90.

#### **5. Требования к квалификации оператора**

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 измерений

6.1. При выполнении измерений массовой концентрации смеси предельных углеводородов  $C_1—C_5$  в атмосферном воздухе соблюдают следующие условия в лаборатории:

- температура воздуха  $(25 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$
- относительная влажность воздуха не более 80 % при температуре  $25 \text{ }^\circ\text{C}$
- атмосферное давление  $(84,0—106,7) \text{ кПа}$ ;  $(630—800) \text{ мм рт. ст.}$
- напряжение в сети  $(220 \pm 10) \text{ В}$
- частота переменного тока  $(50 \pm 1) \text{ Гц}$

6.2. Порядок подключения лабораторного хроматографа производится согласно ТО на хроматограф.

## 7. Подготовка к выполнению измерений

7.1. При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: подготовка хроматографической колонки, приготовление градуировочных смесей, установление градуировочных характеристик.

### 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 (гелия), повышая температуру от  $70$  до  $180 \text{ }^\circ\text{C}$  со скоростью  $5 \text{ }^\circ\text{C}/\text{мин}$ . После этого колонку присоединяют к детектору и продолжают кондиционировать до стабилизации нулевой линии при максимальной чувствительности прибора.

7.3. Приготовление газозвудушных смесей предельных углеводородов  $C_1—C_5$

7.3.1. Приготовление промежуточных газозвудушных смесей (ПС) предельных углеводородов  $C_1—C_5$

Необходимый объем смеси предельных углеводородов  $C_1—C_5$ , в соответствии с таблицей № 3, отбирают из баллона, снабженного редуктором, через резиновую мембрану микрошприцем вместимостью  $0,1$  или  $1 \text{ см}^3$  и вводят в герметично закрытую виалу вместимостью  $22 \text{ см}^3$ . ПС следует использовать в день приготовления.

Для определения вместимости в виалу заливают дистиллированную воду, закрывают септой для удаления излишков воды, затем выливают



воду в мерный цилиндр. Вместимость виалы принимают равной объему воды в мерном цилиндре.

Таблица 3

**Приготовление промежуточных газозвудушных смесей  
предельных углеводородов C<sub>1</sub>—C<sub>5</sub>**

Номер промежуточной смеси (ПС)	Массовая концентрация смеси предельных углеводородов в смеси, используемой для приготовления ПС, мг/см <sup>3</sup>	Объем смеси, используемой для приготовления ПС, см <sup>3</sup>	Объем виалы, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация смеси предельных углеводородов C <sub>1</sub> —C <sub>5</sub> в промежуточной смеси, мг/см <sup>3</sup>
ПС 1	1,95	1,0	22	0,089
ПС 2	1,95	0,1	22	0,0089

*7.3.2. Приготовление градуировочных газозвудушных смесей*

Приготовление градуировочных газозвудушных смесей (далее – ГС) проводят путем разбавления промежуточных газозвудушных смесей воздухом в герметичных виалах согласно табл. 4. Отбирают необходимый объем промежуточной газозвудушной смеси шприцами вместимостью 0,1; 1,0 см<sup>3</sup> и помещают в герметично закрытые виалы вместимостью 22 и 125 см<sup>3</sup>.

ГС следует использовать в день приготовления.

Таблица 4

**Приготовление градуировочных газозвудушных смесей предельных углеводородов C<sub>1</sub>—C<sub>5</sub>**

Номер градуировочной смеси (ГС)	Массовая концентрация смеси предельных углеводородов в смеси, используемой для приготовления ГС, мг/см <sup>3</sup>	Аликвота смеси предельных углеводородов C <sub>1</sub> —C <sub>5</sub> , взятая для приготовления градуировочной смеси, см <sup>3</sup>	Объем виалы, см <sup>3</sup>	Массовая концентрация смеси предельных углеводородов C <sub>1</sub> —C <sub>5</sub> в ГС, мкг/см <sup>3</sup>
ГС 1	1,95	0,1	22	8,9
ГС 2	0,089	1,0	22	4,0
ГС 3	1,95	0,08	125	1,25
ГС 4	0,089	0,08	22	0,32
ГС 5	0,0089	0,08	22	0,03

#### 7.4. Установление градуировочной характеристики

Газохроматографическим шприцем в инжектор хроматографа с пламенно-ионизационным детектором (ПИД) вводят 0,5 см<sup>3</sup> градуировочной смеси, приготовленной в соответствии с п. 7.3.2.

Каждую градуировочную смесь хроматографируют дважды. Идентификацию определяемого компонента проводят по абсолютному времени выхода. Ориентировочное время выхода предельных углеводов и массы углеводов, введенные в хроматограф, приведены в табл. 5.

Линейность градуировочной характеристики проверяют в соответствии с действующими нормативными документами на построение градуировочных характеристик.

Таблица 5

Ориентировочное время выхода предельных углеводов и массы, введенные в хроматограф при хроматографировании градуировочных смесей

Компонент	Содержание компонента в СОП, %	Ориентировочное время выхода, мин	Масса компонента, введенная в хроматограф, т, мкг				
			ГС 1, т · 10 <sup>1</sup>	ГС 2, т · 10 <sup>1</sup>	ГС 3, т · 10 <sup>2</sup>	ГС 4, т · 10 <sup>2</sup>	ГС 5, т · 10 <sup>3</sup>
Метан	19,7	3,24	8,77	3,94	12,31	3,15	2,96
Этан	20,5	5,53	9,12	4,10	12,81	3,28	3,08
Пропан	20,8	9,37	9,26	4,16	13,00	3,33	3,12
Изобутан	10,1	11,81	4,49	2,02	6,31	1,62	1,52
н-Бутан	10,0	12,43	4,45	2,00	6,25	1,60	1,50
Изопентан	9,4	15,8	4,18	1,88	5,87	1,50	1,41
н-Пентан	9,5	16,65	4,23	1,90	5,94	1,52	1,43

#### Условия хроматографирования

Хроматографическая кварцевая капиллярная колонка длиной 60 м с внутренним диаметром 0,53 мм с фазой из сшитого полистирола и дивинилбензола (толщина пленки 20 мкм)

#### Температурные параметры:

начальная температура термостата колонки, °С	50,0 ± 1,0
временное плато начальной температуры термостата колонки, мин	4
скорость 1 подъема температуры термостата колонки, °С/мин	16,0 ± 0,1
температура выдержки термостата колонки, °С	160,0 ± 1,0
временное плато температуры выдержки термостата колонки, мин	7

скорость 2 подъема температуры термостата колонки, °С/мин	30,0 ± 0,1
конечная температура термостата колонки, °С	180,0 ± 1,0
временное плато конечной температуры термостата колонки, мин	2
температура детектора, °С	200,0 ± 1,0
Газовые параметры:	
скорость потока газа носителя (азота), см <sup>3</sup> /мин	10,0
скорость потока водорода, см <sup>3</sup> /мин	35,0
скорость потока воздуха, см <sup>3</sup> /мин	350,0
объемная скорость гелия через колонку, см <sup>3</sup> /мин	7,2 ± 0,01
ввод пробы без деления потока	

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

Для каждого компонента смеси предельных углеводов по полученным усредненным данным с помощью стандартной программы обработки данных строят графики зависимости площади пика ( $pA \cdot c$ ) от массы компонента, введенной в хроматограф (мкг).

Градуировочную характеристику для каждого компонента смеси аппроксимируют уравнением вида:

$$S_i = a_i + b_i \cdot m_i, \text{ где} \quad (1)$$

$m_i$  – масса  $i$ -го компонента, введенная в хроматограф, мкг;

$a_i, b_i$  – коэффициенты градуировочной характеристики для  $i$ -го компонента, определяемые методом наименьших квадратов;

$S_i$  – средняя площадь пика  $i$ -го компонента смеси предельных углеводов, ( $pA \cdot c$ ).

#### 7.5. Отбор проб воздуха

Отбор проб воздуха осуществляют с учетом требований ГОСТ Р ИСО 16017-1. Для определения массовой концентрации смеси предельных углеводов воздух отбирают в медицинские шприцы, предварительно «промытые» путем десятикратного воздухообмена. По окончании отбора проб шприц закрывают заглушками. Шприцы маркируют и помещают в герметичный контейнер. При отборе проб фиксируется температура воздуха и атмосферное давление. Пробы анализируют в день отбора.

### 8. Выполнение измерений

Шприцы с отобранной пробой выдерживают в лабораторном помещении не менее 30 мин, отбирают 0,5 см<sup>3</sup> пробы воздуха с помощью

газового шприца и вводят в испаритель хроматографа. Ввод осуществляют 2 раза.

Выполнение измерений проводят в условиях в соответствии с п. 7.4. Определяемый компонент идентифицируют по времени выхода. Вычисляют среднее значение площади пика определяемого компонента.

Для количественного обсчета хроматограмм применяют метод абсолютной градуировки.

За результат анализа принимается результат единичного измерения.

### 9. Вычисление результатов измерений

Массу каждого компонента смеси предельных углеводородов в пробах воздуха ( $0,5 \text{ см}^3$ ),  $m_i$  (мкг), вычисляют по формуле

$$m_i = \frac{S_i - a_i}{b_i}, \text{ где} \quad (2)$$

$a_i, b_i$  – коэффициенты градуировочной характеристики для  $i$ -го компонента;

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

Результат единичного определения – массовую концентрацию смеси предельных углеводородов в атмосферном воздухе населенных мест при фактических условиях отбора пробы,  $X'$ ,  $\text{мг/м}^3$ , рассчитывают по формуле:

$$X' = \frac{\sum_{i=1}^7 m_i}{V} \cdot 10^3, \text{ где} \quad (3)$$

$\sum m_i$  – сумма масс предельных углеводородов  $C_1$ — $C_5$ , найденных по градуировочным графикам, в отобранной пробе воздуха, мкг;

$V$  – объем пробы воздуха, введенной в хроматограф,  $\text{см}^3$ .

Для приведения значения массовой концентрации смеси предельных углеводородов  $C_1$ — $C_5$  в отобранном воздухе к нормальным условиям: температуре 273 К (0 °С) и атмосферному давлению 101,33 кПа (760 мм рт. ст.) используют формулу

$$X = X' \frac{101,33}{P} \times \frac{(273 + t)}{273}, \text{ где} \quad (4)$$

$X'$  – результат измерения, полученный по формуле (3),  $\text{мг/м}^3$ ;

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

$t$  - температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Результат единичного определения является результатом анализа.

## 10. Оформление результатов анализа

Результаты измерений массовой концентрации смеси предельных углеводородов  $C_1—C_5$  в атмосферном воздухе ( $X$ , мг/м<sup>3</sup>) представляют в виде (при подтвержденном в лаборатории соответствии аналитической процедуры требованиям настоящего документа):

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

$X$  - результат измерений массовой концентрации смеси предельных углеводородов  $C_1—C_5$  в атмосферном воздухе, полученный в соответствии с настоящей методикой, мг/м<sup>3</sup>;

$\Delta$  - характеристика абсолютной погрешности измерений массовой концентрации смеси предельных углеводородов  $C_1—C_5$  в атмосферном воздухе, мг/м<sup>3</sup>, вычисляемая по формуле:

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

$\delta$  - характеристика относительной погрешности измерений массовой концентрации смеси предельных углеводородов  $C_1—C_5$  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).

## 11. Контроль точности результатов измерений

### 11.1. 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. 7.3.2).

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

$$|m_{изм} - m_{атт}| \leq K_{зр}, \text{ где} \quad (6)$$

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

$m_{атт}$  – аттестованное значение массы пропана в образце для градуировки, мкг;

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

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

$\delta_{гр}$  – характеристика относительной погрешности градуировочного графика пропана, равная 11 %.

В случае невыполнения условия (6) для обеих градуировочных смесей проводят повторную градуировку прибора. Если условие (6) не выполняется только для одной градуировочной смеси, то эту смесь измеряют повторно. Если при повторном измерении условие (6) выполняется, то градуировочная характеристика считается стабильной, если условие (6) не выполняется, то проводят повторную градуировку прибора.

### **11.2. Контроль качества результатов измерений**

Оперативный контроль процедуры измерений проводят на основе оценки погрешности измерений.

Готовят образцы для контроля (ОК) с концентрациями, относящимися к началу, середине и концу диапазона измерений. Последовательно анализируют контрольные пробы, проводят определение масс компонентов по градуировочным графикам, вычисляют концентрацию смеси предельных углеводородов  $C_1$ — $C_5$ , сравнивают результаты анализов с реальным значением его концентрации в пробе, рассчитанной по процедуре приготовления.

#### **11.2.1. Приготовление аттестованной смеси (АС)**

Приготовление аттестованной смеси (АС) предельных углеводородов  $C_1$ — $C_5$  с массовой концентрацией 78 мкг/см<sup>3</sup>.

Из баллона, снабженного редуктором, через резиновую мембрану микрошприцем вместимостью 5 см<sup>3</sup> отбирают 5 см<sup>3</sup> смеси предельных углеводородов  $C_1$ — $C_5$  и вводят в герметично закрытую виалу вместимостью 125 см<sup>3</sup>. АС следует использовать в день приготовления.

#### **11.2.2. Приготовление образцов для контроля (ОК)**

Образцами для контроля являются пробы атмосферного воздуха (не содержащие углеводороды  $C_1$ — $C_5$ ) в герметично закрытых виалах вместимостью 125 см<sup>3</sup> с внесенными с помощью газохроматографического шприца смесями предельных углеводородов  $C_1$ — $C_5$  в соответствии с табл. 6.

Приготовление образцов для контроля

Массовая концентрация предельных углеводородов $C_1—C_5$ в аттестованной смеси, используемой для приготовления ОК, $\text{мкг/см}^3$	Объем аттестованной смеси предельных углеводородов $C_1—C_5$ , необходимый для приготовления ОК, $\text{см}^3$	Объем виалы, $\text{см}^3$	Значение массовой концентрации смеси предельных углеводородов $C_1—C_5$ в ОК, $\text{мг/м}^3$
78	10	125	6240
78	5	125	3120
78	0,1	125	62,4

ОК используют свежеприготовленными.

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

Оценку погрешности измерений осуществляют путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры  $K_k$  с нормативом контроля  $K$  с учетом требований ГОСТ Р ИСО 5725—02. Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

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

$C$  – значение массовой концентрации смеси предельных углеводородов в ОК,  $\text{мг/м}^3$ ;

$X$  – результат контрольного измерения массовой концентрации смеси предельных углеводородов в ОК,  $\text{мг/м}^3$ .

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

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

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

$$\Delta_i = 0,01 \cdot \delta_i \cdot C \quad (10)$$

Результат оперативного контроля процедуры измерений признают удовлетворительным при выполнении условия

$$|K_k| \leq K \quad (11)$$

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

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



**Измерение массовой концентрации смеси предельных углеводородов (C<sub>1</sub>—C<sub>5</sub>) в атмосферном воздухе населенных мест газохроматографическим методом с пламенно-ионизационным детектированием**

**Методические указания  
МУК 4.1.3292—15**

Ответственный за выпуск Н. В. Митрохина

Редактор Н. В. Кожока  
Компьютерная вёрстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 30.11.15

Формат 60x88/16

Тираж 150 экз.

Печ. л. 1,0  
Заказ 72

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 и тиражирован  
отделением издательского обеспечения отдела научно-методического обеспечения  
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора  
117105, Москва, Варшавское ш., 19а  
Реализация печатных изданий, тел./факс 8 (495) 952-50-89