

**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

ББК 51.21

ИЗ7

ИЗ7 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

Тираж 500 экз.

Печ. л. 5,0
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**

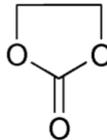
**Методические указания
МУК 4.1.2534—09**

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/м³.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула: C₃H₄O₃

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/см³. Т_{плавления} – 34—37 °С, Т_{кипения} – 246,7 °С, Т_{разложения} – 246 °С, Т_{вспышки} – 150 °С (при концентрации от 3,6 до 16,1 об. %), растворимость в воде 214 г/дм³ (при 20 °С), рН 6 при концентрации 99 г/дм³, 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/м³. 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/м³) 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 пробы-отбора, $\pm u$, %	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/м³ (при отборе 2,5 дм³ воздуха).

Определению не мешают диметилкарбонат, 2,2-диметилгиазолидин.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

5.1. Средства измерений

Хроматограф газовый «Кристалл 2000М» с пламенно-ионизационным детектором

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г II класса точности

Набор гирь

Пробоотборное устройство ПУ-2Э

ГОСТ 24104

ГОСТ 7328

ГОСТ Р 51945

Госреестр СИ №14531—03

ГОСТ 29227

Пипетки, 1-2-2-1, -2, -5, -10

Автоматическая пипетка «Ленпипет» типа Дигитал 0,01—0,1 см³

Колбы мерные 2-25-2 и 2-50-2

ГОСТ 1770

Пробирки с шлифованными 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 ЗВ-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/см²), 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 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, 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 шкафу при 200°C 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 см³, содержащую 15—20 см³ 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/см³) по формуле:

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

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

Стандартный раствор № 2 с массовой концентрацией ЭК 0,25 мг/см³ готовят разбавлением стандартного раствора № 1 этиловым спиртом в мерной колбе вместимостью 50 см³. Необходимый объем стандартного раствора № 1 (V , см³) 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 см³. 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 см³, № 3 – пипетки на 2 см³, растворы №№ 4—6 – на 5 см³.

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 хроматографируемом объеме, мкг	0	0,005	0,010	0,020	0,030	0,040	0,050

Точную массовую концентрацию градуировочных растворов ($C_{гр}$, мг/см³) рассчитывают по формуле:

$$\tilde{N}_{\text{об}} = \frac{\tilde{N}_2 \cdot V_m}{25}, \text{ где}$$

V_m – объем стандартного раствора № 2, см³;

C_2 – концентрация стандартного раствора № 2 см³.

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 мм³ 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 пробы/деление 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 см³ (v_s) стандартного раствора № 2. Закрывают трубку стекловатой, присоединяют с противоположного конца к аспирационному устройству и протягивают со скоростью 0,5 дм³/мин 2,5 дм³ воздуха. После этого вынимают стекловату, высыпают сорбент с бюкса и приливают 5 см³ 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 K_d по формуле:

$$\hat{E}_A = \frac{m_a \cdot v_s}{v_a \cdot v_A \cdot \tilde{N}_2}, \text{ где}$$

m_a – масса ЭК в хроматографируемом объеме, мкг;

v_s – объем экстракта, $v_s = 5 \text{ см}^3$;

v_a – хроматографируемый объем, $v_a = 1 \text{ мм}^3$;

v_r – объем наносимого на сорбент раствора, см³;

C_2 – концентрация стандартного раствора № 2, $c_{ст} = 0,25 \text{ мг/см}^3$.

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 проверки 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 (\bar{S}_i), измеренных при установлении градуировочной характеристики:

$$\bar{S}_i = \frac{\sum_{i=1}^n S_{ni}}{n}, \text{ где}$$

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 (S_{0i}):

$$S_{0i} = \frac{\left(\sum (S_{ni} - \bar{S}_i)^2\right)^{0,5}}{(n-1)^{0,5}};$$

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

$$\varepsilon = \frac{t_{f,p} \cdot S_i}{n^{0,5}}, \text{ где}$$

$t_{f,p}$ – 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:

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

Результат контрольной процедуры (стабильность градуировочной характеристики) признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$S_{ki} \leq S_{ki} \leq S_{i\max}, \text{ где}$$

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 соответствия максимально разовым ПДК».

Воздух с объемным расходом 0,5 дм³/мин аспирируют через сорбционную трубку. Для измерения 1/2 ПДК ЭК достаточно отобрать 2,5 дм³ воздуха. Отобранные пробы закрывают заглушками и помещают в пробирки с притертыми пробками. Пробы можно хранить в холодильнике в течение трех суток.

11. Выполнение измерения

Внимают стекловату из сорбционных трубок, высыпают сорбент в бюкс и далее приливают 5 см³ 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, $V_1=1 \text{ мм}^3$;

V_2 – общий объем экстракта, мм³.

12.2. Результат контроля

Результат контроля повторяемости признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|C_1 - C_2| \leq CL_r, \text{ где}$$

$C_{1(2)}$ – 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) $= 1,19 \cdot CL_r$ (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/м³) в воздухе рабочей зоны рассчитывают по формуле:

$$\bar{O} = \frac{\bar{N}}{V \cdot \hat{E}_A}, \text{ где}$$

C – содержание ЭК в общем объеме экстракта, мкг,
 V_{20} – объем воздуха, дм³, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям (Прилож. 1),
 K_d – 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/м³;

U – границы расширенной неопределённости по табл. 1, мг/м³.

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:

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

$C_{1(2)}$ – 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 см³ 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:

$$LCL \leq \tilde{N}_e \leq UCL, \text{ где}$$

C_k – 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.	$0,04 \bar{C}^*$	$0,05 \bar{C}^{**}$	$C_{RM} - 0,12C_{RM}$	$C_{RM} + 0,1C_{RM}$

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

\bar{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.

Приведение объема воздуха к стандартным условиям

Приведение объема воздуха к стандартным условиям при температуре 293 К (20 °С) и атмосферном давлении 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.

MYK 4.1.2529—4.1.2534—09

**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