

**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 4.1.2243—4.1.2259—07**

**Выпуск 49**

ББК 51.21

ИЗ7

ИЗ7 **Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.**—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—224 с.

1. Подготовлены: ГУ НИИ медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьева, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Н. Л. Гришечко, Г. Ф. Громова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол № 2 от 21.06.2007).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

**ББК 51.21**

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 19.11.09

Формат 60x88/16

Тираж 500 экз.

Печ. л. 14,0  
Заказ

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  
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

|  |     |
|--|-----|
| Введение.....  | 5   |
| Измерение массовых концентраций бенз(а)пирена в воздухе рабочей зоны спектрально-флуоресцентным методом: МУК 4.1.2243—07.....  | 6   |
| Измерение массовых концентраций 2-бензил-4-хлорфенола (БХФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2244—07.....   | 30  |
| Измерение массовых концентраций 2-[4-(1,3-бензодиоксол-5-илметил)-1-пиперазинил]пиримидина (ПИРИБЕДИЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2245—07.....   | 43  |
| Измерение массовых концентраций 3-[3-(1,1'-бифенил)-4-ил-1,2,3,4-тетрагидро-1-нафталенил]-4-гидрокси-N-1-бензопиран-2-она (дифенакум) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2246—07..... | 53  |
| Измерение массовых концентраций N-[[гексагидроциклопента[с]пиррол-2(1H)-ил]амино]карбонил]-4-метилбензенсульфонамида (ГЛИКЛАЗИД) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2247—07.....      | 63  |
| Измерение массовых концентраций 3-(аминосульфонил)-4-хлор-N-(2,3-дигидро-2-метил-1H-индол-1-ил)бензамида (ИНДАПАМИД) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2248—07.....   | 74  |
| Измерение массовых концентраций 2-фенилфенола (4-фенилгидроксибензола, орто-фенилфенола, ФФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2249—07.....  | 84  |
| Измерение массовых концентраций (±)-дис-1-Ацетил-4-[4-[2-(2,4-дихлорфенил)-2-(1H-имидазол-1-илметил)-1,3-диоксолан-4-ил]метокси]фенил]пиперазина (КЕТОКОНАЗОЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2250—07.....   | 97  |
| Измерение массовых концентраций тетракарбонила никеля (ТКН) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2251—07.....   | 112 |
| Измерение массовых концентраций суммы стероидных сапонинов Юкки Шидигера в воздухе рабочей зоны методом хромато-масс-спектрометрии: МУК 4.1.2252—07.....   | 130 |
| Измерение массовых концентраций (±)-N-метил-гамма-[4-(трифторметил) фенокси] бензолпропанамина гидрохлорида (флуоксетин) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2253—07.....   | 146 |

МУК 4.1.2243—4.1.2259—07

|   |     |
|---|-----|
| Измерение массовых концентраций поли-1,4β-О-ацетатбутаноат-Д-пиранозил-Д-глокопиранозы (АЦЕТОБУТИРАТ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ) спектрофотометрическим методом в воздухе рабочей зоны:<br>МУК 4.1.2254—07 .....   | 156 |
| Измерение массовых концентраций N-[2-[(2,6-диметилфенил)амино]-2-оксоэтил]-N,N-диэтил-бензолметанаминийбензоата (бензилдиэтил ((2,6-ксилилкарбомойл)-метил)аммоний бензоата, денатония бензоата, битрекса) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2255—07 ..... | 166 |
| Измерение массовых концентраций диметилсульфоксида (ДМСО) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии:<br>МУК 4.1.2256—07 .....  | 179 |
| Измерение массовых концентраций 2-(диметиламино)этанола (N,N-диметиламиноэтаноламина), 1,4-дизабицикло [2,2,2]октана (триэтилендиамина) и 2-аминоэтанола (этаноломина) при совместном присутствии их в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом: МУК 4.1.2257—07 .....                           | 190 |
| Измерение массовых концентраций ди-(2-гидроксиэтил)-амина (диэтаноломина) методом газовой хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2258—07 .....   | 205 |
| Измерение массовых концентраций 3-изотиоцианатпроп-1ена (2-пропенилизотиоцианат, горчичное масло) методом спектрофотометрии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2259—07 .....   | 215 |

## Введение

Сборник Методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 49) разработан с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочным безопасным уровням воздействия (ОБУВ) 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 12.1.005-88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТ Р 8.563-96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений», ГОСТ Р ИСО 5725-(части 1-6) «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 и ОБУВ в воздухе рабочей зоны, установленных в гигиенических нормативах ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и ГН 2.2.5.1314-03 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и дополнениях к ним.

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**

Руководитель Федеральной службы  
по надзору в сфере защиты прав  
потребителей и благополучия человека,  
Главный государственный санитарный  
врач Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

17 августа 2007 г.

Дата введения: с момента утверждения

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Измерение массовых концентраций  
3-изотиоцианатпроп-1ена (2-пропенилизотиоцианат,  
горчичное масло) методом спектрофотометрии  
в воздухе рабочей зоны**

**Методические указания  
МУК 4.1.2259—07**

---

**1. Область применения**

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем 2-пропенилизотиоцианата спектрофотометрическим методом в диапазоне массовых концентраций 0,05—1,0 мг/м<sup>3</sup>.

**2. Характеристика вещества**

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула C<sub>4</sub>H<sub>5</sub>NS

2.3. Молекулярная масса 99,15

2.4. Регистрационный номер CAS 57-06-7

2.5. Физико-химические свойства

2-Пропенилизотиоцианат – жидкость желтоватого цвета, с выраженным специфическим запахом, температура кипения 148—154 °С, удельный вес 1,019 г/см<sup>3</sup>, растворимость в воде при 20 °С – 0,2 % об., хорошо растворим в этаноле, хлороформе, диэтиловом эфире, бензоле, петролейном эфире, жире.

Агрегатное состояние в воздухе – пары

2.6. Токсикологическая характеристика

2-Пропенилизотиоцианат обладает раздражающим и сенсibiliзирующим действием.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) 2-пропенилизотиоцианата в воздухе рабочей зоны 0,1 мг/м<sup>3</sup>.

Класс опасности первый.

### 3. Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности и ее составляющих результатов измерений не превышают значений, приведенных в табл. 1, для соответствующих диапазонов измерений.

Таблица 1

Диапазон измерений, значения показателей точности, повторяемости, воспроизводимости и предел повторяемости

| Диапазон измерений массовой концентрации 2-пропенилизотиоцианата, мг/м <sup>3</sup> | Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm \delta$ , %, при P = 0,95 | Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$ , % | Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$ , % | Предел повторяемости, r, %, P = 0,95, n=2 |
|---|--|--|--|---|
| От 0,05 до 0,10 вкл.  | 20   | 7  | 8  | 19  |
| Св. 0,10 до 1,0 вкл.  | 14   | 3  | 3,5  | 8   |

### 4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации 2-пропенилизотиоцианата выполняют методом спектрофотометрии.

Метод основан на измерении светопоглощения растворов 2-пропенилизотиоцианата в этиловом спирте при длине волны 243 нм

Отбор проб проводят с концентрированием в «кипящий слой» силикагеля.

Нижний предел измерения содержания 2-пропенилизотиоцианата в анализируемом объеме пробы – 10 мкг.

Нижний предел измерения концентрации 2-пропенилизотиоцианата в воздухе 0,05 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 200 дм<sup>3</sup> воздуха).

Метод специфичен на стадиях выгрузки, фасовки и хранения 2-пропенилизотиоцианата. По условиям данного технологического процесса присутствие сопутствующих веществ в воздухе рабочей зоны исключено (данные получены от производителя – исх. № 1406-09-38 от 14.06.05).

### **5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы**

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы.

#### **5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы**

Спектрофотометр марки СФ-26, предел допускаемого значения абсолютной погрешности 1 %, рабочий диапазон длин волн 190—1100 нм  
 Аспирационное устройство марки 822 ГOST Р 51945—2002  
 Весы лабораторные ВЛР-200 ГOST 24104—2001  
 Колбы мерные, 2-25-2, 2-100-2 ГOST 1770—74  
 Поглонительные приборы Яворовской ГOST 6755—82  
 Пипетки, 1-1-2-1, 2,5,10 ГOST 29227—91  
 Пробирки с притертыми пробками, П4-10-14/23ХС ГOST 25336—82  
 Кюветы с толщиной оптического слоя 5 мм  
 Муфельная печь, МП-2УМ  
 Ультразвуковая баня, фирма «Elma», модель LC-20/Н  
 Микрошприц фирмы «Hamilton», вместимостью 0,05 см<sup>3</sup>  
 Стекланые трубки, размером 10 см х 0,7 см  
 Стекловата ГOST 4640—93  
 Груша резиновая  
 Сито СЛМ-200 № 1  
 Воронка В-36-80-ХС ГOST 25336—82  
 Электрошкаф лабораторный, пределы регулирования температуры от 50 до 400 °С, точность регулирования ±2 °С.

#### **5.2. Реактивы**

2-Пропенилизотиоцианат с содержанием основного вещества не менее 98,5 %

ТУ 9151-013-105-13491—04



|   |              |
|---|--------------|
| Этиловый спирт, (этанол), ректификат,<br>96 %-ный | ГОСТ 8314—77 |
| Силикагель марки АСМ с размером зерен 1 мм        | ГОСТ 3956—76 |
| Соляная кислота, концентрированная, хч            | ГОСТ 3118—77 |
| Нитрат серебра, хч                                | ГОСТ 1277—75 |
| Вода дистиллированная                             | ГОСТ 7609—72 |

Допускается применение других средств измерения, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже приведенных в разделе.

## **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—88.

6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ должны соблюдаться требования противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и должны быть в наличии средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90.

6.3. При выполнении измерений с использованием спектрофотометра соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

## **7. Требования к квалификации операторов**

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим или специальным химическим образованием, прошедшие обучение работе на спектрофотометре и освоившие метод анализа.

## **8. Условия измерений**

8.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят при температуре воздуха  $(20 \pm 5)$  °С, атмосферном давлении 84—106 кПа и относительной влажности воздуха не более 80 %.

8.2. Выполнение измерений на спектрофотометре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

## **9. Подготовка к выполнению измерений**

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовку сорбента, спектрофотометра, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

### **9.1. Приготовление растворов**

9.1.1. Основной стандартный раствор 2-пропенилизотиоцианата готовят следующим образом: во взвешенную мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup> с 5 см<sup>3</sup> этанола добавляют 6—8 капель 2-пропенилизотиоцианата и снова взвешивают. Объем в колбе доводят до метки этанолом. По разности двух взвешиваний вычисляют массу вещества и рассчитывают ее содержание в 1 см<sup>3</sup>.

Раствор устойчив в течение недели.

9.1.2. Рабочий стандартный раствор N 1 с массовой концентрацией 2-пропенилизотиоцианата 10 мг/см<sup>3</sup> готовят соответствующим разведением основного стандартного раствора этанолом в мерной колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Раствор устойчив в течение недели.

9.1.3. Рабочие стандартные растворы № 2, 3, 4 и 5 с массовой концентрацией 0,5; 1,0; 2,5 и 5,0 мг/см<sup>3</sup> готовят разбавлением 1,25; 2,5; 6,25 и 12,5 см<sup>3</sup> рабочего стандартного раствора №1 этиловым спиртом в мерных колбах вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Растворы устойчивы в течение недели.

9.1.4. Силикагель готовят следующим образом: крупнозернистый силикагель измельчают в фарфоровой ступке, просеивают через сито, отбирают нужную фракцию. Далее силикагель очищают: кипятят с соляной кислотой (разбавленной дистиллированной водой 1 : 2) в течение 1—1,5 ч, промывают горячей дистиллированной водой сначала в стакане декантацией, а затем в воронке до отрицательной реакции на ион хлора (проба с нитратом серебра). Отмытый силикагель подсушивают в сушильном шкафу при 105 °С и активируют в муфельной печи при температуре 300—400 °С в течение 2-х часов. Силикагель хранят в склянке с пришлифованной крышкой.

### **9.2. Подготовка прибора**

Подготовку спектрофотометра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

### **9.3. Установление градуировочной характеристики**

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности растворов от массы 2-пропенилизотиоцианата устанавливают по 5 сериям растворов из 5 параллельных определений для каждой серии согласно таблице 2 следующим образом: в стеклянные трубки (предварительно закрыв один конец стекловатой) помещают по 2 г силикагеля. Затем на силикагель наносят с помощью микрошприца

по 20 мм<sup>3</sup> градуировочных растворов с массовой концентрацией 10,0 мг/см<sup>3</sup>, 5,0 мг/см<sup>3</sup>, 2,5 мг/см<sup>3</sup>, 1,0 мг/см<sup>3</sup> и 0,5 мг/см<sup>3</sup>, что соответствует 200 мкг, 100 мкг, 50 мкг, 20 мкг и 10 мкг. Затем трубки с силикагелем продувают воздухом при помощи резиновой груши, после чего силикагель переносят в пробирки, заливают 3,0 см<sup>3</sup> этанола и помещают в ультразвуковую баню на 15 мин (для лучшей десорбции вещества с силикагеля). Растворы сливают в пробирки, доводят объем до 3,0 см<sup>3</sup> этанолом (см, табл. 2) и измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной оптического слоя 5 мм при длине волны 243 нм по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно с градуировочными растворами, используя чистый силикагель.

Таблица 2

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении 2-пропениизоотиоцианата**

| № Градуировочных растворов | Силикагель, г | Объем рабочих стандартных растворов 2-пропениизоотиоцианата, мм <sup>3</sup> | Объем этанола, см <sup>3</sup> | Содержание 2-пропениизоотиоцианата в градуировочном растворе, мкг |
|----------------------------|---------------|--|--------------------------------|---|
| 1                          | 2,0           | 0,0  | 3,0                            | 0   |
| 2                          | 2,0           | 20 мм <sup>3</sup> , раствор № 2   | 3,0                            | 10  |
| 3                          | 2,0           | 20 мм <sup>3</sup> , раствор № 3   | 3,0                            | 20  |
| 4                          | 2,0           | 20 мм <sup>3</sup> , раствор № 4   | 3,0                            | 50  |
| 5                          | 2,0           | 20 мм <sup>3</sup> , раствор № 5   | 3,0                            | 100   |
| 6                          | 2,0           | 20 мм <sup>3</sup> , раствор № 1   | 3,0                            | 200   |

Градуировочные растворы устойчивы в течение 6 часов.

Строят градуировочную характеристику: на ось ординат наносят значения оптической плотности растворов, на ось абсцисс – соответствующие им величины содержания вещества в градуировочном растворе (мкг)

Проверка градуировочной характеристики проводится 1 раз в три месяца или в случае использования новой партии реактивов, а также при изменении других условий проведения анализа.

#### 9.3.1 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировки проводят не реже 1 раза в три месяца, а также при смене реактивов или изменении условий анализа.

Образцами для контроля являются вновь приготовленные градуировочные растворы. Выбирают образцы в начале, в середине и в конце

диапазона измерений и анализируют в точном соответствии с прописью методики.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для каждого контрольного образца выполняется условие (I)

$$\frac{|D_{изм} - D_{эп}|}{D_{эп}} \leq K_{эп}, \text{ где} \quad (I)$$

$D_{изм}$   $D_{эп}$  – значение оптической плотности образца для контроля измеренное и найденное по градуировочной характеристике соответственно;

$K_{эп}$  – норматив контроля,  $K_{эп} = 0,5 \cdot \delta$ , где

$\delta$  – границы относительной погрешности, %, (табл. 1).

Если условие стабильности не выполняется только для одного образца, то выполняют повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую ошибку.

Если градуировка не стабильна, выясняют причины нестабильности и повторяют контроль стабильности с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировки прибор градуируют заново

#### **9.4. Отбор пробы воздуха**

Отбор проб следует проводить с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и Руководства Р 2.2.2006—05 (прилож. 9, обязательное) «Общие методические требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны», п. 2 контроль соответствия максимальным ПДК.

Воздух с объемным расходом 10 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных проборов Яворовской, заполненных по 2 г силикагеля в каждом.

Для измерения 1/2 ПДК 2-пропенилизотиоцианата необходимо отобрать 200 дм<sup>3</sup> воздуха. Отобранные пробы могут храниться в бьюксах с притертыми пробками в течение суток.

### **10. Выполнение измерений**

После отбора пробы силикагель из поглотительных приборов переносят в пробирки, заливают по 3,0 см<sup>3</sup> этанола и помещают на ультразвуковую ванну на 15 мин (для лучшей десорбции вещества с силикаге-

ля). Затем растворы сливают в другие пробирки, доводят объем до 3,0 см<sup>3</sup> этанолом, и измеряют оптическую плотность полученных анализируемых растворов пробы аналогично градуировочным растворам по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно с анализируемой пробой, используя чистый силикагель. Степень десорбции вещества с силикагеля 98 %.

Количественное определение содержания 2-пропенилизотиоцианата (в мкг) в анализируемом объеме раствора пробы проводят по предварительно построенной градуировочной характеристике. 2-пропенилизотиоцианата из каждого поглотительного прибора анализируют отдельно, после чего полученные результаты суммируют.

## 11. Вычисление результатов измерения

11.1. Массовую концентрацию 2-пропенилизотиоцианата в воздухе рабочей зоны  $C$ , мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формуле (1)

$$C = \frac{(a + a_1)}{V_{20}}, \text{ где} \quad (1)$$

$a$  – содержание 2-пропенилизотиоцианата в анализируемом объеме раствора пробы (в первом поглотительном приборе), найденное по градуировочной характеристики, мкг;

$a_1$  содержание 2-пропенилизотиоцианата в анализируемом объеме раствора пробы (во втором поглотительном приборе), найденное по градуировочной характеристики, мкг;

$V_{20}$  – объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, дм<sup>3</sup> (см. прилож. 1).

11.2. За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (2)

$$\frac{2 \cdot |C_1 - C_2| \cdot 100}{(C_1 + C_2)} \leq r, \text{ где} \quad (2)$$

$C_1, C_2$  – результаты параллельных определений массовой концентрации 2-пропенилизотиоцианата, мг/м<sup>3</sup>;

$r$  – значение предела повторяемости (табл. 1).

11.3. Если условие (2) не выполняется, получают еще по два результата в полном соответствии с данной МВИ. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие (3).

$$\frac{4 \cdot |C_{\max} - C_{\min}| \cdot 100}{(C_1 + C_2 + C_3 + C_4)} \leq CR_{0,95}, \text{ где} \quad (3)$$

$C_{\max}$ ,  $C_{\min}$  – максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой концентрации 2-пропенилизотиоцианата, мг/м<sup>3</sup>;

$CR_{0,95}$  – значение критического диапазона для уровня вероятности  $P = 0,95$  и  $n$  – результатов определений.

$$CR_{0,95} = f(n) \cdot \sigma_r$$

Для  $n = 4$

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r, \quad (4)$$

Если условие (3) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

## 12. Оформление результатов анализа

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\bar{C} \pm 0,01 \cdot \delta \cdot \bar{C} \text{ при } P=0,95, \text{ где}$$

$\bar{C}$  – среднее арифметическое значение результатов  $n$  определений, признанных приемлемыми (11.2—11.3), мг/м<sup>3</sup>;

$\delta$  – границы относительной погрешности, %, (табл. 1).

В случае, если 2-пропенилизотиоцианата в воздухе рабочей зоны ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация 2-пропенилизотиоцианата в воздухе рабочей зоны менее 0,05 мг/м<sup>3</sup> (более 1,0 мг/м<sup>3</sup>)».

## 13. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6 (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений), используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по п. 6.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6 и показателя правильности по п. 6.2.4 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, превышение предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

#### **14. Нормы затрат времени на анализ**

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 2 ч.

Методические указания разработаны: В.А.Смирнов НИЦ «Экос», ЗАО «Алгема» г. Москва