

**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  
2-(диметиламино)этанола (ДМАЭ) в воздухе  
рабочей зоны методом газовой хроматографии**

**Методические указания  
МУК 4.1.2529—09**

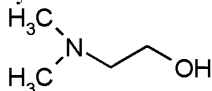
---

**1. Область применения**

Настоящие методические указания устанавливают количественный хроматографический анализ воздуха рабочей зоны для определения в нем 2-диметиламиноэтанола (ДМАЭ) в диапазоне массовых концентраций от 2,0 до 20,0 мг/м<sup>3</sup>.

**2. Характеристика вещества**

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула: C<sub>4</sub>H<sub>11</sub>NO.

2.3. Молекулярная масса: 89,14.

2.4. Регистрационный номер CAS: 108-01-0.

**2.5. Физико-химические свойства**

ДМАЭ – бесцветная жидкость с резким раздражающим запахом, плотность 0,887 г/см<sup>3</sup>, T<sub>кипения</sub> – 134—135 °С. Растворим в воде в любых

соотношениях, растворим в этиловом спирте, диэтиловом эфире и других органических растворителях.

В воздухе находится в виде паров.

### 2.6. Токсикологическая характеристика

ДМАЭ обладает сильным раздражающим действием на глаза и кожу, а при вдыхании паров – на слизистую, и общетоксическим действием. При работе с ним требуется специальная защита кожи и глаз.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны 5 мг/м<sup>3</sup>. Класс опасности – второй.

### 3. Метрологические характеристики

Настоящая методика количественного химического анализа (КХА) ДМАЭ обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, значения которых не превышают представленных в табл. 1 (при доверительной вероятности  $P = 95 \%$ ). Значения метрологических показателей методики приведены в виде зависимости от значения массовой концентрации анализируемого компонента в пробе.

Таблица 1

Результаты метрологической аттестации методики количественного химического анализа

Диапазон массовых концентраций ДМАЭ, мг/м <sup>3</sup>	Показатель повторяемости, $\sigma_r$ , мг/м <sup>3</sup>	Показатель промежуточной прецизионности, $S_{TO}$ , мг/м <sup>3</sup>	Показатель точности (границы расширенной неопределенности) $\pm U$ , мг/м <sup>3</sup>
От 2,0 до 20,0 вкл.	0,8 $C$	0,9 $C$	0,19 $C$

$C$  – значение массовой концентрации анализируемого вещества в пробе, мг/м<sup>3</sup>.

### 4. Метод измерений

Измерения массовых концентраций ДМАЭ основаны на использовании газовой хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб проводится с концентрированием на сорбент Силохром 120.

Нижний предел измерения содержания ДМАЭ в хроматографируемом объеме раствора 0,04 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации ДМАЭ в воздухе 2,0 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 10 дм<sup>3</sup> воздуха).

Определению не мешают диметоксиметан, 2-бутанон, метилпропиловый эфир, 1,3-диметокси-2-пропанол и N,N-диэтил-1,2-этандиамина.

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

### 5.1. Средства измерений

Хроматограф газовый лабораторный «Кристалл 2000М» с пламенно-ионизационным детектором и с делением потока газа-носителя

Госреестр СИ № 14516—08

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г II класса точности

Меры массы

Пробоотборное устройство ПУ-2Э

ГОСТ 24104

Госреестр СИ № 4233—92

ГОСТ 7328

ГОСТ Р 51945

Госреестр СИ № 14531—03

Пипетки градуированные 4-2-2-1, 4-2-2-5, 4-2-2-10

Колбы мерные 2-25-2, 2-100-2

Микрошприцы МШ-10

Термометр

ГОСТ 29227

ГОСТ 1770

ГОСТ 8043

ГОСТ 27544

Госреестр СИ № 251—90

Барометр-анероид

ГОСТ 6359

Госреестр СИ № 5738—76

### 5.2. Вспомогательные устройства

Хроматографическая колонка кварцевая капиллярная, длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм с неподвижной фазой SPB-1 (диметил-полисилоксан) с толщиной пленки 1,0 мкм

Эксикатор

Пинцет медицинский

Виалы объемом 1 см<sup>3</sup> производство «Supelco», № 33293

Пробирки П4-10-14/23 ХС

Шкаф сушильный электрический 2В-151

Программно-аппаратный комплекс для регистрации и обсчета хроматограмм «Мульти-Хром», производство ЗАО «Амперсенд»

ГОСТ 25336

ГОСТ 21241

ГОСТ 25336

### 5.3. Материалы

Силохром С-120, фракция 0,35—0,5 мм

Мембранные фильтры диаметром 13 мм, с размером пор 0,45 мм, производство «БиохимМак»

ТУ 6-09-17-48

Трубки из молибденового стекла, (4 × 100) мм	ГОСТ 23932
Заглушка из фторпласта	ГОСТ 10007
Силикагель марки КСК	ГОСТ 3956
Стекловата	ГОСТ 4640

#### **5.4. Реактивы**

ДМАЭ, производство «Aldrich», № D 13465-1, содержание основного вещества не менее 99 %	
Спирт этиловый, х.ч.	ТУ 6-09-1710—77
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. Концентрация 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/см<sup>2</sup>), необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», ПБ-03-576—03. Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

6.7. Необходимо провести обучение работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.



## 7. Требования к квалификации операторов

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 стандартных 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 измерений

### 9.1. Подготовка сорбента

Силохром С-120 промывают тремя порциями этилового спирта и прогревают в сушильном шкафу при  $200^\circ\text{C}$  в течение 4 ч. После охлаждения готовый сорбент помещают в склянку с хорошо притертой стеклянной пробкой и хранят в промытом и тщательно высушенном эксикаторе, на дно которого насыпан слой предварительно осушенного силикагеля КСК.

### 9.2. Подготовка сорбционных трубок

Сорбционные трубки готовят непосредственно перед отбором проб или установлением градуировочной характеристики. В трубку помещают 0,2 г силохрома С-120, закрепляют стекловолокном и закрывают фторопластовыми заглушками.

### 9.3. Подготовка хроматографической колонки

При подготовке к измерению или длительному перерыва в работе проводят кондиционирование колонки. Для этого колонку отсоединяют от детектора, устанавливая расход газа-носителя  $30\text{ см}^3/\text{мин}$  и нагревают, выдерживая по 30 мин при 50, 100 и  $150^\circ\text{C}$  и 4 ч при  $200^\circ\text{C}$ .

После окончания кондиционирования колонку охлаждают до комнатной температуры, выход колонки соединяют с детектором и прогревают детектор при температуре  $200^\circ\text{C}$  в течение 1 ч. Затем устанавливают рабочий режим детектора и приступают к работе.

### 9.4. Подготовка прибора

Наладку, проверку герметичности газовых линий и вывод хроматографа на режим условий измерения проводят согласно инструкции по монтажу и эксплуатации прибора.

### 9.5. Приготовление стандартных растворов ДМАЭ

Стандартный раствор № 1 ДМАЭ готовят гравиметрическим методом. Взвешивают на аналитических весах мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, содержащую 5—10 см<sup>3</sup> этилового спирта, с помощью градуированной пипетки вместимостью 10 см<sup>3</sup> вносят 5—10 см<sup>3</sup> ДМАЭ и снова взвешивают. По разности показаний определяют навеску вещества ( $m_{\text{ДМАЭ}}$ , мг). Объем раствора в колбе доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают.

Значение массовой концентрации ДМАЭ в стандартном растворе № 1 ( $C_1$ , мг/см<sup>3</sup>) рассчитывают по формуле:

$$\tilde{N}_1 = \frac{m_{\text{ДМАЭ}} \cdot \mu \cdot 0,01}{25}, \text{ где}$$

$m_{\text{ДМАЭ}}$  — навеска ДМАЭ, мг;

$\mu$  — массовая доля основного вещества в соответствии с паспортом, % масс;

$V_k$  — объем мерной колбы,  $V_k = 25$  см<sup>3</sup>.

Стандартный раствор № 2 с массовой концентрацией ДМАЭ  $C_2 = 25$  мг/см<sup>3</sup> готовят разбавлением стандартного раствора № 1. Объем стандартного раствора № 1 ( $V$ , см<sup>3</sup>), необходимый для приготовления стандартного раствора № 2 рассчитывают по формуле:

$$V = \frac{C_2 \cdot V_k}{\tilde{N}_1}, \text{ где}$$

$C_1$  — массовая концентрация ДМАЭ в стандартном растворе № 1, мг/см<sup>3</sup>;

$V_k$  — объем мерной колбы,  $V_k = 50$  см<sup>3</sup>.

Рассчитанный объем стандартного раствора № 1, отобранный пипеткой, помещают в мерную колбу вместимостью 50 см<sup>3</sup>, содержащую 10—20 см<sup>3</sup> этилового спирта, содержимое перемешивают, объем раствора в колбе доводят до метки этиловым спиртом и вновь тщательно перемешивают.

Расширенная стандартная неопределенность процедуры приготовления стандартных растворов не превышает 2,0 %.

Раствор хранят герметично закрытым в холодильнике в течение двух недель.

### 9.6. Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы готовят в мерных колбах вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Для этого в каждую колбу вносят пипеткой стандартный раствор ДМАЭ № 2 в соответствии с табл. 2, приливают этиловый спирт до метки и тщательно перемешивают. Растворы № 1 готовят с помощью пи-

петки вместимостью 1 см<sup>3</sup>, №№ 2 и 3 – пипетки вместимостью 5 см<sup>3</sup>, растворы №№ 4—6 – пипетки вместимостью 10 см<sup>3</sup>.

Таблица 2

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении ДМАЭ**

Растворы	Номер градуировочного раствора						
	0	1	2	3	4	5	6
Объем стандартного раствора ДМАЭ №2, см <sup>3</sup>	0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0
Концентрация ДМАЭ в градуировочном растворе, мг/см <sup>3</sup>	0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0
Содержание ДМАЭ в 20,0 мм <sup>3</sup> градуировочного раствора (или в 1,0 см <sup>3</sup> элюата), мкг	0	20	40	80	120	160	200,0
Содержание ДМАЭ в хроматографируемом объеме, мкг	0	0,04	0,08	0,16	0,24	0,32	0,40

Точную массовую концентрацию градуировочных растворов ( $C_{ГР}$ , мг/см<sup>3</sup>) рассчитывают по формуле:

$$\tilde{N}_{AD} = \frac{\tilde{N}_2 \cdot V_{\tilde{N}_2}}{V_e}, \text{ где}$$

$C_2$  – массовая концентрация ДМАЭ в стандартном растворе № 2, мг/см<sup>3</sup>;

$V_{cm}$  – объем стандартного раствора № 2, см<sup>3</sup>;

$V$  – объем мерной колбы, см<sup>3</sup>.

Точное значение содержания ДМАЭ в 20,0 мм<sup>3</sup> градуировочного раствора (или в 1,0 см<sup>3</sup> элюата) ( $m_{ГР}$ , мкг) рассчитывают по формуле:

$$m_{AD} = \frac{\tilde{N}_{AD} \cdot 0,02}{1000}.$$

Содержание ДМАЭ в хроматографируемом объеме ( $a_{ГР}$ , мкг) рассчитывают по формуле:

$$\dot{a}_{AD} = \frac{m_{AD} \cdot 2}{1000}.$$

Стандартная расширенная неопределенность процедуры приготовления градуировочных растворов не превышает 2,0 %. Растворы используют в день приготовления.

### 9.7. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика ДМАЭ от его массы, содержащейся в объеме вводимой в хроматограф пробы, устанавливают по методу абсолютной градуировки по шести сериям растворов и холостой пробе из пяти измерений, выполненным в условиях повторяемости в каждой серии.

Для получения исходных данных, на основании которых устанавливают градуировочную характеристику, в сорбционные трубки, предварительно вынув стекловату, наносят на сорбент микрошприцем 20,0 мм<sup>3</sup> соответствующего градуировочного раствора и закрывают стекловатой. Расположив трубку вертикально, с другого конца трубки приливают по каплям этиловый спирт. Собирают первую порцию прошедшего через трубку элюата в мерный сосуд-виалу вместимостью 1,0 см<sup>3</sup> до метки, после чего прекращают добавлять спирт в трубку. Всего требуется 2—3 см<sup>3</sup> спирта, степень десорбции не менее 98 %.

Отбирают микрошприцем 2 мм<sup>3</sup> элюата и анализируют на газовом хроматографе.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

Режим ввода пробы	деление потока	1 : 20
Температура испарителя		180 °С
Температура детектора		150 °С
Температура хроматографической колонки	в течение 5 мин	40 °С
затем нагрев со скоростью 5 °С/мин	до температуры	120 °С
Скорость потока газа-носителя		0,41 см <sup>3</sup> /мин
Скорость поддува газа-носителя		25 см <sup>3</sup> /мин
Скорость потока водорода		25 см <sup>3</sup> /мин
Скорость потока воздуха		250 см <sup>3</sup> /мин
Объем вводимой пробы		2 мм <sup>3</sup>
Время удерживания ДМАЭ		10 мин 15 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 ДМАЭ ( $a_{\text{ДМАЭ}}$ , мкг) в хроматографируемом объеме раствора.

### 9.9. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль проводится не реже одного раза в полугодие, а также после ремонта и поверки 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  $\varepsilon$  от среднего значения  $n$  измерений площадей хроматографических пиков для  $i$ -го градуировочного раствора:

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

$t_{f,p}$  – 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:

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

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

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

$S_{ki}$  – 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 следует проводить с учётом требований ГОСТ 12.1.005—88 и Руководства Р 2.2.2006—05 (прилож. 9, обязательное), п. 2 «Контроль соответствия максимально-разовым ПДК».

Воздух с объемным расходом 0,4 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через сорбционную трубку. Для измерения ДМАЭ в воздухе рабочей зоны в диапазоне массовых концентраций от 2 до 20 мг/м<sup>3</sup> достаточно отобрать 10 дм<sup>3</sup> воздуха. Пробы можно хранить в эксикаторе в холодильнике в течение трех суток. Отобранные пробы закрывают заглушками и помещают в пробирки с притертыми пробками.

Срок хранения проб – 3 дня в холодильнике.

## 11. Выполнение измерения

Сконцентрированный на сорбенте ДМАЭ извлекают так же, как и при анализе градуировочных растворов, и анализируют в условиях, описанных в п. 9.7.

Количественное определение содержания анализируемого вещества в растворе проводят по предварительно установленной градуировочной характеристике.

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 ДМАЭ в общем объеме элюата

Содержание ДМАЭ в общем объеме элюата, ( $m_{1(2)}$ , мкг) рассчитывают по формуле:

$$m_{1(2)} = \frac{a_{1(2)} \cdot V_2}{V_1}, \text{ где}$$

$a_{1(2)}$  – содержание ДМАЭ в объеме вводимой в хроматограф пробы, рассчитанное по градуировочной характеристике, для двух измерений, выполненных в условиях повторяемости, мкг;

$V_1$  – объем элюата, взятый для анализа,  $V_1 = 2 \text{ мм}^3$ ;

$V_2$  – общий объем элюата,  $V_2 = 1\,000 \text{ мм}^3$ .

### 12.2 Контроль повторяемости

При каждом измерении проводят контроль повторяемости. Результат контроля признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|m_1 - m_2| \leq r, \text{ где}$$

$m_{1(2)}$  – значения результатов измерений содержания ДМАЭ в общем объеме элюата, полученных в условиях повторяемости, мкг;  
 $r$  – предел контроля 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 анализа принимают значение среднего арифметического результатов измерений содержания ДМАЭ в общем объеме элюата, полученных в условиях повторяемости.

При отрицательном заключении о контроле повторяемости дополнительно получают ещё один результат измерений. Если при этом диапазон ( $m_{max} - m_{min}$ ) мкг из результатов трёх измерений равен или менее критического диапазона для трёх измерений  $CR_{3(из 3)}$ , мкг, рассчитанного по формуле:  $CR_{3(из 3)} = 1,19 \cdot r$  (где  $r$  – значение характеристики повторяемости, приведённое в табл. 3), то в качестве результата испытания фиксируется среднее арифметическое значение результатов трёх измерений.

При превышении критического диапазона 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 измерений

Массовая концентрация ДМАЭ ( $C$ , мг/м<sup>3</sup>) в воздухе рабочей зоны рассчитывается по формуле:

$$C = \frac{\bar{m}}{V_{20}}, \text{ где}$$

$\bar{m}$  – содержание ДМАЭ в общем объеме элюата, мкг;  
 $V_{20}$  – объем воздуха, отобранной для анализа, приведенный к стандартным условиям, дм<sup>3</sup> (Прилож. 1).

## 13. Оформление результатов измерений

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде: ( $C \pm U$ ), мг/м<sup>3</sup> ( $P = 0,95$ ), где  $C$  – значение результатов измерения массовой концентрации ДМАЭ, мг/м<sup>3</sup>;  $U$  – границы расширенной неопределённости по табл. 1, мг/м<sup>3</sup>.

В случае, если полученный результат измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, производят следующую

запись в журнале: «Массовая концентрация ДМАЭ в воздухе рабочей зоны менее 2 мг/м<sup>3</sup> (более 20 мг/м<sup>3</sup>)».

## 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:

$$|m_1 - m_2| \leq CL_{\alpha}, \text{ где}$$

$m_{1(2)}$  – значения результатов измерений содержания ДМАЭ в экстракте реальной пробы воздуха рабочей зоны, полученные в условиях промежуточной прецизионности, мкг;

$CL_{\alpha}$  – 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.

Таблица 3

Значения нормативов контроля прецизионности измерений

Диапазон измерений содержания ДМАЭ в 1 см <sup>3</sup> элюата, мкг	Предел контроля повторяемости $r$ , мкг ( $n = 2, P = 95 \%$ )	Предел контроля промежуточной прецизионности $CL_{\alpha}$ , мкг ( $m = 2, P = 95 \%$ )
от 2,0 до 20,0 вкл.	0,21 $\bar{m}^*$	0,25 $\bar{m}^{**}$

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

$\bar{\sigma}^{**}$  – значение среднего арифметического результатов двух измерений, выполненных в условиях промежуточной прецизионности с факторами различия: время, оператор, мкг.

Контроль промежуточной прецизионности проводят один раз в месяц.

## 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,  $\text{дм}^3$ ;

$P$  – 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