

**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 метилфенилкарбоната (МФК) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии

#### Методические указания МУК 4.1.2533—09

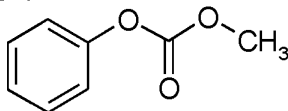
---

#### 1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный хроматографический анализ воздуха рабочей зоны для определения в нем концентрации метилфенилкарбоната (МФК) в диапазоне массовых концентраций от 0,5 до 5,0 мг/м<sup>3</sup>.

#### 2. Характеристика вещества

##### 2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула: C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>O<sub>3</sub>.

2.3. Молекулярная масса: 152,15.

2.4. Регистрационный номер CAS: 13509-27-8.

##### 2.5. Физико-химические свойства

МФК – бесцветная жидкость с характерным запахом,  $d_{4}^{25} = 1,521 \text{ г/см}^3$ ,  $T_{\text{кипения}} = 212\text{—}215 \text{ }^{\circ}\text{C}$  (760 мм рт. ст.), растворим в спирте, эфире, хлороформе. В воздухе находится в виде паров.

### 2.6. Токсикологическая характеристика

МФК обладает общетоксическим действием. Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны  $1 \text{ мг/м}^3$ . Класс опасности – второй.

### 3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Настоящая методика количественного химического анализа (КХА) МФК 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 ( $X$ ,  $\text{мг/м}^3$ ) анализируемого компонента в пробе.

Таблица 1

Результаты метрологической аттестации методики  
количественного химического анализа

Диапазон определяемых массовых концентраций МФК, $\text{мг/м}^3$	Показатель повторяемости, $\sigma_r$ , $\text{мг/м}^3$	Показатель промежуточной прецизионности, $\sigma_R$ , $\text{мг/м}^3$	Границы систематической погрешности, $\pm \delta$ , $\text{мг/м}^3$	Расширенная стандартная неопределенность пробы-отбора, $\pm u$ , %	Показатель точности (границы расширенной неопределенности), $\pm U$ , $\text{мг/м}^3$
От 0,5 о 5,0	$0,02 X$	$0,032 X$	$0,10 X$	5,5	$0,12 X$

### 4. Метод измерений

Измерения массовых концентраций МФК 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 МФК в хроматографируемом объеме раствора 0,002 мкг.

Нижний предел измерения концентрации в воздухе  $0,5 \text{ мг/м}^3$  (при отборе  $20,0 \text{ дм}^3$  воздуха).

Определению не мешают диметилкарбонат, дифенилкарбонат.

## 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	ГОСТ 24104
Набор гирь	ГОСТ 7328
Пробоотборное устройство ПУ-2Э	ГОСТ Р 51945-2002 Госреестр СИ №14531—03
Пипетки 1-2-2-1, -2, -5, -10	ГОСТ 29227
Автоматическая пипетка «Ленпипет» типа Дигитал 0,01—0,1 см <sup>3</sup>	
Колбы мерные 2-25-2 и 2-50-2	ГОСТ 1770
Пробирки с пришлифованными 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 ZB-1 (неподвижная фаза диметилполисилоксан), 0,53 см × 30 м, производство фирмы «Феноменекс»	
Трубки из молибденового стекла, 4 × 100 мм	ГОСТ 23932
Бюксы 50/30	ГОСТ 25336
Ультразвуковая ванна УВМ-5	ТУ 25-7401
Эксикатор	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

МФК, производство «Aldrich», № D 13465-1, содержание основного вещества не менее 99 %	
Спирт этиловый, х.ч.	ТУ 6-09-1710

Газообразные азот  
водород  
воздух

ГОСТ 9293—80  
ГОСТ 3022—80  
ГОСТ 1182—74

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 необходимо соблюдать требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005 и ГОСТ 12.1.007.

6.2. При работе с горючими и вредными веществами необходимо соблюдать меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6.3. 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 стационарных компрессорных установок, воздухопроводов и газопроводов под давлением», ПБ-03-576-03. Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

6.4. При выполнении измерений с использованием хроматографа необходимо соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкции по эксплуатации прибора.

6.5. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6.6. Помещение лаборатории 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.

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

## **7. Требования к квалификации оператора**

К выполнению измерений и обработке результатов допускают лиц с высшим образованием, имеющих навыки работы на газовом хроматографе.

## **8. Условия измерений**

8.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят в нормальных условиях при температуре воздуха (20 ± 5) °С, 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 °С 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. В трубку помещают 0,2 г силохрома С-120, закрепляют стекловолокном и закрывают тефлоновыми заглушками или силиконовым шлангом со стеклянными пробками.

### 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 выдерживая при 200 °С в течение 4 ч. Охлаждают колонку, присоединяют выход колонки к детектору и приступают к работе.

### 9.5. Приготовление стандартных растворов МФК

Стандартный раствор № 1 МФК готовят гравиметрическим методом. Взвешивают на аналитических весах мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>, содержащую 5—10 см<sup>3</sup> этилового спирта, вносят 10—15 капель МФК и снова взвешивают. По разности показаний определяют навеску вещества ( $m_{\text{МФК}}$ , мг). Объем раствора в колбе доводят до метки этиловым спиртом и тщательно перемешивают.

Рассчитывают массовую концентрацию МФК в растворе ( $C_1$ , мг/см<sup>3</sup>) по формуле:

$$\tilde{N}_1 = \frac{m_{1 \text{ отв}} \cdot \mu \cdot 0,01}{25}, \text{ где}$$

$\mu$  – массовая доля основного вещества в соответствии с паспортом, % масс.

Стандартный раствор № 2 с массовой концентрацией МФК  $0,1 \text{ мг/см}^3$  готовят разбавлением стандартного раствора № 1 этиловым спиртом в мерной колбе вместимостью  $50 \text{ см}^3$ . Необходимый объем стандартного раствора № 1 ( $V, \text{ см}^3$ ) рассчитывают по формуле:

$$V = \frac{0,1 \cdot 50}{N_1}.$$

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  $25 \text{ см}^3$ . Для этого в каждую колбу вносят пипеткой стандартный раствор МФК № 2 в соответствии с табл. 2, приливают этиловый спирт до метки и тщательно перемешивают. Растворы №№ 1 и 2 готовят с помощью пипетки на  $1 \text{ см}^3$ , № 3 – пипетки на  $2 \text{ см}^3$ , растворы №№ 4—6 – на  $5 \text{ см}^3$ .

Стандартная расширенная неопределенность процедуры приготовления градуировочных растворов не превышает 1,5 %.

Градуировочные растворы используют свежеприготовленными.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении МФК

Наименование компонента	Номер градуировочного раствора						
	0	1	2	3	4	5	6
Объем стандартного раствора № 2, $\text{см}^3$	0	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Концентрация МФК в градуировочном растворе, $\text{мг/см}^3$	0	0,002	0,004	0,008	0,012	0,016	0,02
Принятое опорное значение содержания МФК в хроматографируемом объеме, $\text{мкг}$	0	0,002	0,004	0,008	0,12	0,16	0,02

### 9.7. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пика МФК от его массы, содержащейся в объеме вводимой в хроматограф пробы, устанавливают по методу абсолютной градуировки по шести растворам и холостой пробе в серии из пяти измерений для каждого, выполненных в условиях повторяемости в каждой серии.

Отбирают микрошприцем 1,0 мм<sup>3</sup> раствора и анализируют на газовом хроматографе

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

Температура термостата колонки	190 °С
Температура испарителя	220 °С
Температура детектора	220 °С
Объем вводимой пробы	1,0 мм <sup>3</sup>
Режим ввода пробы деление потока	1 : 7
Линейная скорость газа-носителя (азот)	30 см/с
Скорость водорода	20 см <sup>3</sup> /мин
Скорость воздуха	200 см <sup>3</sup> /мин
Время удерживания МФК	3 мин 19 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<sub>i</sub>*, условные единицы), от массы МФК (*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 см<sup>3</sup> (*v<sub>r</sub>*) стандартного раствора № 2. Закрывают трубку стекловатой, присоединяют с противоположного конца к аспирационному устройству и протягивают со скоростью 0,5 дм<sup>3</sup>/мин 2,5 дм<sup>3</sup> воздуха. После этого вынимают стекловату, высыпают сорбент с бюкса и приливают 5 см<sup>3</sup> этилового спирта. Помещают бюкс в ультразвуковую ванну и выдерживают в течение 10 мин. Далее проводят измерение согласно п. 9.7 и определяют количество МФК в анализируемой пробе *m<sub>a</sub>*. Рассчитывают степень десорбции *K<sub>д</sub>* по формуле

$$\hat{E}_{\bar{A}} = \frac{m_a \cdot v_y}{v_a \cdot v_{\bar{A}} \cdot \bar{N}_2}, \text{ где}$$

*m<sub>a</sub>* – масса МФК в хроматографируемом объеме, мкг;

*v<sub>э</sub>* – объем экстракта, *v<sub>э</sub>* = 5 см<sup>3</sup>;

*v<sub>a</sub>* – хроматографируемый объем, *v<sub>a</sub>* = 1 мм<sup>3</sup>;

*v<sub>r</sub>* – объем наносимого на сорбент раствора, см<sup>3</sup>;

*C<sub>2</sub>* – концентрация стандартного раствора № 2, *C<sub>2</sub>* = 0,1 мг/см<sup>3</sup>.

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 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 ( $\bar{S}_{0i}$ ):

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

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

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

$t_{f,p}$  – 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:

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

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 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 1,0 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через сорбционную трубку. Для измерения 1/2 ПДК МФК достаточно отобрать 20 дм<sup>3</sup> воздуха. Отобранные пробы закрывают заглушками и помещают в пробирки с притертыми пробками. Пробы можно хранить в холодильнике в течение трех суток.

## 11. Выполнение измерения

Вынимают стекловату из сорбционных трубок, высыпают сорбент в бюкс и приливают 5 см<sup>3</sup> 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 МФК

Содержание МФК 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 МФК в объеме вводимой в хроматограф пробы, рассчитанное по градуировочной зависимости 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,  $\text{мм}^3$ .

### 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 МФК, 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 МФК, 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 МФК ( $X$ , мг/м<sup>3</sup>) в воздухе рабочей зоны рассчитывают по формуле:

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

$V_{20}$  – объем воздуха, дм<sup>3</sup>, 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 МФК,  $\text{мг/м}^3$ ,  
 $U$  – границы расширенной неопределённости по табл. 1,  $\text{мг/м}^3$ .

В случае, если полученный результат измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, производят следующую запись в журнале: «Массовая концентрация МФК в воздухе рабочей зоны менее  $0,5 \text{ мг/м}^3$  (более  $5,0 \text{ мг/м}^3$ )».

### 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:

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

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

$CL_{ТО}$  – предел контроля промежуточной прецизионности, приведённый в табл. 3,  $\text{мкг}$ .

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 МФК в этиловом спирте.

Принятое опорное значение содержания МФК в образце для контроля, аттестованное по процедуре приготовления, ( $C_{RM}$ ) составляет 10—100  $\text{мкг}$ . Для приготовления образца для контроля  $0,1$ — $0,25 \text{ см}^3$  стандартного раствора № 2 наносят на сорбент. Расширенная стандартная неопределённость процедуры приготовления образца не превышает 2 %.

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:

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

$C_x$  – 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 <sup>3</sup> раствора, мкг	Предел контроля повторяемости, $CL_p$ , 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 10 до 100 вкл.	$0,06 \bar{C}^*$	$0,09 \bar{C}^{**}$	$C_{RM}$ – $0,1C_{RM}$	$C_{RM}$ + $0,1C_{RM}$

$\bar{C}^*$  – 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,  $\text{дм}^3$ ;

$P$  – 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