

**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 4.1.1711—4.1.1733—03**

**Выпуск 45**

ББК 51.21

ИЗ7

**ИЗ7 Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008.—199 с.**

1. Подготовлены творческим коллективом специалистов Научно-исследовательского института медицины труда РАМН в составе: Л. Г. Макеева — руководитель, Г. В. Муравьева, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Г. Ф. Громова, при участии А. И. Кучеренко (Департамент Госсанэпиднадзора Минздрава России).

2. Рекомендованы к утверждению на совместном заседании группы Главного эксперта Комиссии по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию по проблеме «Лабораторно-инструментальное дело и метрологическое обеспечение» и методбюро п/секции «Промышленно-санитарная химия» Проблемной комиссии «Научные основы медицины труда».

3. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации 29 июня 2003 г.

4. Введены впервые.

**ББК 51.21**

© Роспотребнадзор, 2008

© Федеральный центр гигиены и  
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008

## Содержание

Введение.....	5
Измерение массовых концентраций аммоний перрената в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектродотометрии: МУК 4.1.1711—03 .....	6
Спектродотометрическое измерение массовых концентраций 1-бензил-1-фенилгидразина гидрохлорида в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1712—03 .....	13
Спектродотометрическое измерение массовых концентраций бензол-1,2-дикарбонового альдегида (ортофталевый альдегид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1713—03.....	21
Спектродотометрическое измерение массовых концентраций N, N' – бис (диацетил) этан – 1,2-диамина (тетраацетилэтилендиамина) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1714—03.....	29
Спектродотометрическое измерение массовых концентраций бис (1 метилэтил) нафталинсульфоновой кислоты натривой соли (супражила WP) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1715—03 .....	37
Спектродотометрическое измерение массовых концентраций 1-гексадецил-пиридиний хлорида моногидрата (цетилпиридиний хлорид моногидрат) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1716—03 .....	45
Фотометрическое измерение массовых концентраций гексафторида селена в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1717—03 .....	53
Газохроматографическое измерение массовых концентраций 1,1,1,2,3,3,3-гептафторпропана (хладона-227 <sub>ea</sub> ) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1718—03 .....	64
Спектродотометрическое измерение массовых концентраций 4-гидроксиметил-4-метил-1-фенилпиразолидона (димезона S) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1719—03 .....	72
Спектродотометрическое измерение массовых концентраций N,N-диметил-N-[3-[1-оксотетрадецил)амино]-пропил] бензолметанамминий хлорида гидрата (мирамистина) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1720—03 .....	80
Спектродотометрическое измерение массовых концентраций N-(1,1-диметилэтил)-2-бензотиазолсульфенамида (сульфенамида T) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1721—03 .....	88
Спектродотометрическое измерение массовых концентраций 2,5-диоксо-3-(2-пропенил)-1-имидозолидиметил (1 RS)- цис, транс-2,2-диметил- 3-(2-метилпропенил) циклопропан карбоксилата (имипротрина) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1722—03 .....	97

Измерение массовых концентраций 2-имидазолидинона (этиленмочевина) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1723—03.....	105
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций калия фторида аддукта с гидропероксидом (1 : 1) (пероксигидрата-фторида калия) (ПФК) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1724—03 .....	113
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций метилен-бис (полиметилнафтила сульфоната) натрия (супражил <sup>MNS</sup> / <sub>90</sub> ) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1725—03 .....	121
Газохроматографическое измерение массовых концентраций 3-метиленциклобутанкарбонитрила (циклобутанкарбонитрила) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1726—03 .....	129
Измерение массовых концентраций S-метил-N-(метилкарбомил)-окситиоацетимидата (метомила) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1727—03 .....	138
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил-карбамоилсульфамоил) бензойной кислоты (метсульфурон-метила) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1728—03 .....	146
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2-[4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил (метил) карбамоилсульфамоил] бензойной кислоты (трибенуронметила) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1729—03 .....	154
Газохроматографическое измерение массовых концентраций 3-оксо-2-(трифторметил) додекафтороктановой кислоты (перфтор-2-метил-3-оксаоктановой кислоты) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1730—03 .....	162
Измерение массовых концентраций 1-(4-хлорбензоил)-5-метокси-2-метил-1Н-индол-3-этановой кислоты (индометацин) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.1731—03.....	170
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций этандионовой кислоты дигидрата (щавелевой кислоты дигидрата) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1732—03 .....	178
Газохроматографическое измерение массовых концентраций этил-трет-бутилового эфира (ЭТБЭ) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1733—03 .....	187
<i>Приложение 1. Приведение объема воздуха к стандартным условиям.....</i>	<i>197</i>
<i>Приложение 2. Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям.....</i>	<i>198</i>
<i>Приложение 3. Указатель основных синонимов технических, торговых и фирменных названий веществ .....</i>	<i>199</i>

## Введение

Методические указания «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 45) разработаны с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочным безопасным уровням воздействия (ОБУВ) и являются обязательными при осуществлении санитарного контроля.

Включенные в данный сборник 23 методики контроля 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», МИ 2335—95 «Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа», МИ 2336—95 «Характеристики погрешности результатов количественного химического анализа. Алгоритмы оценивания».

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 ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны», ГН 2.2.5.1314—03 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и дополнениями 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

Главный государственный санитарный  
врач Российской Федерации,  
Первый заместитель Министра  
здравоохранения Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

29 июня 2003 г.

Дата введения: с момента утверждения

## 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Газохроматографическое измерение массовых  
концентраций этил-трет-бутилового эфира (ЭТБЭ)  
в воздухе рабочей зоны**

**Методические указания  
МУК 4.1.1733—03**

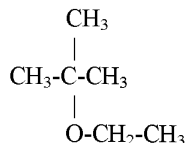
---

**1. Область применения**

Настоящие методические указания устанавливают количественный газохроматографический анализ воздуха рабочей зоны на содержание ЭТБЭ в диапазоне массовых концентраций от 50 до 1 000 мг/м<sup>3</sup>.

**2. Характеристика вещества**

## 2.1. Структурная формула

2.2. Эмпирическая формула C<sub>6</sub>H<sub>14</sub>O.

2.3. Молекулярная масса 102,18.

2.4. Регистрационный номер CAS 637-92-3.

2.5. Физико-химические свойства.

ЭТБЭ (2-этокси-2-метилпропан) – бесцветная прозрачная жидкость. Температура кипения 72,8 °С, температура плавления – 94 °С.

Критическая температура 241 °С. Показатель преломления 1,3794 (при 20 °С). Плотность 0,75 г/см<sup>3</sup> (при 20 °С). Легковоспламеняющаяся жидкость. При соприкосновении с пламенем сгорает без образования высокотоксичных продуктов.

Ограниченно растворим в воде (1,2/100 г воды при температуре 20 °С; 1,59/100 г воды при температуре 25 °С). Растворим в органических растворителях.

Агрегатное состояние в воздухе: пары.

2.6. Токсикологическая характеристика.

ЭТБЭ является веществом, угнетающе действующим на центральную нервную систему, действие обратимое.

Класс опасности четвертый.

Среднесменная предельно допустимая концентрация (ПДКс.с.) ЭТБЭ в воздухе рабочей зоны 100 мг/м<sup>3</sup>; максимально разовая 300 мг/м<sup>3</sup>.

### **3. Погрешность измерений**

Методика обеспечивает выполнение измерений с характеристиками погрешности, не превышающими  $\pm 14\%$ , при доверительной вероятности 0,95.

### **4. Метод измерений**

Измерение массовой концентрации ЭТБЭ выполняют газохроматографическим методом, с использованием пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб проводится без концентрирования.

Нижний предел измерения содержания ЭТБЭ в анализируемом объеме пробы 0,05 мкг.

Нижний предел измерения концентрации ЭТБЭ в воздухе рабочей зоны 50 мг/м<sup>3</sup> (при анализе 1 см<sup>3</sup> воздуха).

Определению не мешают бутилены, этанол, димеры изобутилена.

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

#### ***5.1. Средства измерений, лабораторная посуда, вспомогательные устройства***

Газовый хроматограф серии «ЛХМ-8МД», оснащенный пламенно-ионизационным

детектором (ПИД), с чувствительностью по пропану не менее $1,0 \cdot 10^{-10}$ мг/см <sup>3</sup>	
Колонка хроматографическая из нержавеющей стали длиной 3 м, внутренним диаметром 3 мм	
Лупа измерительная, с ценой деления 0,1 мм	ГОСТ 25706
Линейка измерительная металлическая, с ценой деления 1 мм	ГОСТ 427
Шприцы медицинские многоразовые цельностеклянные, вместимостью 1, 2, 5, 10, 100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 22967—90
Бутыли, вместимостью 20 дм <sup>3</sup>	ГОСТ 14182—80
Бутыль, вместимостью 1 дм <sup>3</sup>	ТУ 6-09-5472—90
Термометр ТЛ-31А, предел измерений 0—100 °С	ГОСТ 28498—90
Психрометр аспирационный марки МВ-4М.	
Барометр-анероид марки М-67	ТУ 2504-1797—75
Цилиндры мерные, вместимостью 100 и 1 000 см <sup>3</sup>	ГОСТ 1770—74Е
Весы лабораторные 3 класса точности	

### 5.2. Реактивы и материалы

Этил-трет-бутиловый эфир, стандартный образец предприятия (СОП) 16-203, состава 90,0 % мол., изготовленный АНО «СЦ ЯРТЕСТ»	
Носитель твердый – цветохром-1К (модифицированный носитель для хроматографии), размер частиц 0,15—0,25 мм*	
Фаза стационарная полиэтиленгликоль – 1540 (ПЭГ-1540)	
Хлороформ	ГОСТ 20015—74
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709
Азот газообразный	ГОСТ 9293—74
Водород	ГОСТ 3022

\* Можно использовать диатомит Изенского месторождения, который размалывают и просеивают через сита с размером отверстий 0,15—0,25 мм.



Воздух в баллонах с редукторами ГОСТ 17433—80, 24484

Допускается применение иных средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов, обеспечивающих показатели точности, установленные для данной МВИ.

## 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 меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91.

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

6.4. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 Кgf/cm<sup>2</sup>) необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации стационарных компрессорных установок, воздухопроводов и газопроводов при давлении до 15 МПа (150 Кgf/cm<sup>2</sup>), а также «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением» (ПБ-10-115—96 утверждены постановлением Госгортехнадзора России 18.04.95, № 20, ГОСТ 12.2.085). Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

6.5. При работе с разогретым шприцем надевают на руки хлопчатобумажные перчатки.

## 7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим и средним специальным образованием, имеющие навыки работы в химической лаборатории, с сосудами под давлением, с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами и на хроматографе.

## 8. Условия измерений

При выполнении измерений в лабораторных помещениях согласно ГОСТ 15,150—69, соблюдаются следующие условия:

- температура воздуха (20 ± 5) °С;
- атмосферное давление от 84,0 до 106,0 кПа;
- относительная влажность не более 80 % при температуре 25 °С.

## 9. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: подготовка хроматографа и хроматографической колонки, приготовление газоздушных смесей ЭТБЭ, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

### 9.1. Подготовка хроматографической колонки

Хроматографическую колонку, стальную, механически заполненную насадкой ПЭГ-1540 на цветохроме, с применением вакуума, готовят следующим образом: 40 см<sup>3</sup> цветохрома (20 г), взвешенного на весах 3 класса точности, помещают в круглодонную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup>. Растворяют в 100 см<sup>3</sup> хлороформа 1 г полиэтилен-гликоля-1540, взвешенного на весах 3 класса точности (5 % от массы твердого носителя) и полученный раствор вводят в ту же колбу. Колбу закрывают пробкой с двумя отверстиями для продувки и содержимое встряхивают. Затем хлороформ отгоняют на водяной бане при температуре 50—60 °С с одновременной продувкой азотом. Отгонку продолжают до тех пор, пока не исчезнет запах хлороформа. Чистую сухую хроматографическую колонку заполняют сорбентом с помощью воронки и вакуумного насоса, подсоединенного к одному из концов хроматографической колонки, предварительно закрытому тампоном из стекловаты. Насадку уплотняют вибратором или постукиванием деревянной палочкой. Концы колонки закрывают тампонами из стекловаты. Колонку помещают в термостат хроматографа и, не присоединяя к детектору, кондиционируют в токе азота в течение 24 ч, повышая температуру от 50 до 130 °С со скоростью 5 °С за 30 мин. После этого колонку присоединяют к детектору и продолжают кондиционировать до стабилизации нулевой линии при максимальной чувствительности прибора.

### 9.2. Подготовка прибора

Подготовку газового хроматографа проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

### 9.3. Приготовление газоздушных смесей ЭТБЭ

9.3.1. *Градуировка и подготовка бутылей.* Бутыли, применяемые для приготовления образцов для градуировки, с номинальной вместимостью 1 и 20 дм<sup>3</sup> нумеруют, принимая меры для сохранения номеров на время их использования. В бутылку помещают 15—20 пластинок фторопласта размером 15 x 15 x 3 мм, заполняют дистиллированной водой до

верхнего края горловины и закрывают тубусом с притиром, вытесняя излишки воды. Вместимость бутылки ( $V_{\text{бут}}$ ,  $\text{дм}^3$ ) принимают равной объему находящейся в ней воды. Объем воды определяют с помощью мерного цилиндра. Погрешность процедуры градуировки бутылки не более 2 %. Подготовленную бутылку сушат. Перед приготовлением градуировочных смесей бутылку предварительно тренируют, т. е. 3—5 раз готовят в ней газоздушную смесь с наименьшей концентрацией. Таким образом достигается уменьшение влияния сорбционных эффектов на внутренней поверхности бутылки.

Аналогичной подготовке подвергаются все бутылки, применяемые для приготовления образцов для градуировки. Результаты градуировки заносят в рабочий журнал.

9.3.2. *Приготовление исходной газоздушной смеси № 1 с массовой концентрацией ЭТБЭ 10 мг/дм<sup>3</sup>.*

Для проведения градуировки хроматографа готовят серию газоздушных смесей ЭТБЭ (не менее трех: в начале, середине и конце диапазона измерений) в вакуумированных бутылках.

Отбирают шприцем соответствующей вместимости 0,27  $\text{см}^3$  ЭТБЭ. Быстро вводят в вакуумированную бутылку вместимостью 20  $\text{дм}^3$ , прокалывая иглой заглушку на пробке, уравнивают давление внутри бутылки с внешним. Полученную смесь выдерживают 15—20 мин, перемешивая при помощи помещенных в бутылку фторопластовых пластинок.

Газоздушную смесь используют в день приготовления.

Массовую концентрацию ЭТБЭ в исходных смесях ( $C$ ,  $\text{мг/м}^3$ ) при условиях поддерживаемых в лабораторном помещении, в котором проводится градуировка, рассчитывают по формуле:

$$c = \frac{d \cdot V_{\text{ЭТБЭ}} \cdot P \cdot 10^6}{V_{\text{бут}} \cdot 101,3}, \text{ где}$$

$d = 0,75$  – плотность ЭТБЭ при 20 °С и давлении 101,3 кПа;

$V_{\text{ЭТБЭ}}$  – объем ЭТБЭ, введенный в бутылку,  $\text{см}^3$ ;

$V_{\text{бут}}$  – вместимость бутылки,  $\text{дм}^3$ ;

$P$  – атмосферное давление во время проведения градуировки, кПа;

$10^6$  – коэффициент пересчета на  $\text{мг/м}^3$ .

9.3.3. *Приготовление градуировочных газоздушных смесей.*

Образцы для градуировки готовят в вакуумированных бутылках вместимостью 1  $\text{дм}^3$ . Готовят 5 смесей в соответствии с табл. 1.

Медицинским шприцем со стеклянным штоком, прокалывая резиновую трубку в тубусе и прокачивая 9—10 раз полный объем шприца, отбирают рассчитанное количество газовой смеси № 1 и вводят в бутылку вместимостью 1 дм<sup>3</sup>.

Шкала строится по 5 концентрациям.

В вакуумированные бутылки, вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, вводят 5; 15; 30; 60; и 100 см<sup>3</sup> газовой смеси № 1. Концентрации ЭТБЭ в бутылках составляют 50, 150, 300, 600 и 1 000 мг/м<sup>3</sup>.

Таблица 1

**Смеси для установления градуировочной характеристики при определении ЭТБЭ**

Номер стандарта	Объем газовой смеси ЭТБЭ № 1	Объем воздуха, см <sup>3</sup>	Содержание ЭТБЭ в хроматографируемом объеме, мкг	Концентрация ЭТБЭ в хроматографируемом объеме, мг/м <sup>3</sup>
1	0	1 000	0	0
2	5	995	0,05	50,0
3	15	985	0,15	150,0
4	30	970	0,3	300,0
5	60	940	0,6	600,0
6	100	900	1,0	1 000,0

#### *9.4. Установление градуировочной характеристики*

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость величины хроматографического сигнала (площади пика) от содержания анализируемого вещества в хроматографируемом объеме пробы, устанавливают по методу абсолютной калибровки с использованием серии градуировочных смесей согласно табл. 1.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

температура колонки	70 °С;
температура детектора	100—150 °С;
скорость потока газа-носителя (азот)	30 см <sup>3</sup> /мин;
скорость потока водорода	30 см <sup>3</sup> /мин;
скорость потока воздуха	300 см <sup>3</sup> /мин;
время удерживания ЭТБЭ	2 мин. 30 с;
объем вводимой пробы	1 см <sup>3</sup> .

Проводят 5 параллельных определений для каждой концентрации и строят градуировочный график, выражающий зависимость площади пика от количества определяемого вещества (мкг). Проверку градуировочного графика проводят 1 раз в неделю или при изменении условий анализа.

### 9.5. Отбор проб воздуха

Для определения массовой концентрации ЭТБЭ воздух отбирают в герметичный медицинский шприц вместимостью 1—10 см<sup>3</sup> без иглы, предварительно «промыв» путем 10-кратного воздухообмена со скоростью 2 дм<sup>3</sup>/мин. По окончании отбора на шприц надевают иглу, конец которой заглушают бутилкаучуковой пробкой. Пробы сохраняются не более 6 ч.

При отборе пробы фиксируют температуру воздуха, атмосферное давление и относительную влажность в точке отбора.

## 10. Выполнение измерений

Для проведения анализов хроматограф выводят на режим, указанный в разделе 9.4. Отбирают 1,0 см<sup>3</sup> анализируемой пробы из шприца и вводят в хроматографическую колонку через испаритель. На полученной хроматограмме измеряют площади пиков ЭТБЭ и по средним результатам из трех измерений по градуировочному графику находят его содержание в пробе (мкг).

## 11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию ЭТБЭ в воздухе (мг/м<sup>3</sup>) рассчитывают по формуле:

$$c = \frac{a}{V} \cdot 1000, \text{ где}$$

$a$  – масса ЭТБЭ в анализируемом объеме пробы, найденная по градуировочному графику, мкг;

1 000 – коэффициент пересчета на м<sup>3</sup>;

$V$  – объем пробы, введенной в хроматограф, приведенный к стандартным условиям, см<sup>3</sup> (прилож. 1).

## 12. Оформление результатов измерений

Результат измерений записывается в виде  $(C \pm \Delta)$  мг/м<sup>3</sup>,  $P = 0,95$ ,  $\Delta$  – характеристика погрешности, значение  $\Delta = 0,14 C$ .

### 13. Контроль погрешности методики

Значение характеристики погрешности, нормативы оперативного контроля сходимости, воспроизводимости и точности результатов измерений ЭТБЭ в диапазоне концентраций 50—1 000 мг/м<sup>3</sup>.

Таблица 2

Погрешность КХА, Δ, мг/м <sup>3</sup> ( <i>P</i> = 0,95)	Норматив контроля сходимости выходных сигналов хроматографа ( <i>P</i> = 0,95, <i>n</i> = 5)	Норматив контроля погрешности градуировочной характеристики	Норматив контроля стабильности градуировочной характеристики
0,14 <i>C</i>	0,15 <i>C</i>	0,09 <i>C</i>	0,10 <i>C</i>

Метрологические характеристики приведены в виде зависимости от значения массовой концентрации анализируемого компонента в пробе – *C*.

#### 13.1. Контроль сходимости выходного сигнала хроматографа

Контролируемым параметром является относительный размах выходных сигналов хроматографа. Контроль осуществляется при проведении градуировки и при периодическом контроле градуировочных коэффициентов.

Расчет ведется по формуле:

$$\frac{S_{\max} - S_{\min}}{S_{\text{cp}}} \cdot 100 \leq 10,0 \%, \text{ где}$$

$S_{\max}$  – максимальная площадь хроматографического пика, ед. счета;

$S_{\min}$  – минимальная площадь хроматографического пика, ед. счета;

$S_{\text{cp}}$  – среднее арифметическое значение площадей пиков, полученных при параллельных вводах, ед. счета.

*d* – норматив контроля, *d* = 15 % при *n* = 5, *d* = 13 % при *n* = 3.

#### 13.2. Контроль правильности построения градуировочной характеристики

Контроль проводят сразу после построения градуировочной характеристики. Результаты контроля считаются положительными, если для каждой *i*-й градуировочной смеси соблюдается условие:

$$\frac{m_i^* - m_i}{m_i} \cdot 100 \leq K_{np}, \text{ где}$$

$m_i^*$  – масса ЭТБЭ в  $i$ -й градуировочной смеси, соответствующая по ГХ среднеарифметическому значению площадей пиков (из пяти измерений), мкг;

$m_i$  – масса ЭТБЭ в  $i$ -й градуировочной смеси, мкг;

$K_{np}$  – норматив контроля,  $K_{np} = 9 \%$ .

### ***13.3. Периодический контроль стабильности градуировочной характеристики***

Контроль проводят не реже 1 раза в неделю, а также при смене колонки, промывке детектора и т. п. Контроль проводят по градуировочной смеси, приготовленной по п. 9.4, в которой массовая концентрация ЭТБЭ соответствует середине диапазона измерений. Результат контроля считается положительным при выполнении условия:

$$\frac{m_k^* - m_k}{m_k} \cdot 100 \leq K_{cm}, \text{ где}$$

$m_k^*$  – масса ЭТБЭ в контрольной смеси, соответствующая по ГХ среднеарифметическому значению площадей пиков (из пяти измерений), мкг;

$m_k$  – масса ЭТБЭ в контрольной смеси, мкг;

$K_{cm}$  – норматив контроля,  $K_{cm} = 10 \%$ .

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 1 ч.

Методические указания разработаны ОАО Научно-исследовательским институтом «Ярсинтез», г. Ярославль, (к.т.н. М. Н. Страхилева, к.т.н. И. А. Бубнова, А. М. Шляпникова, С. А. Глазунова, под руководством к.т.н. В. А. Смирнова).

## Приложение 1

**Приведение объема воздуха к стандартным условиям**

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 20 °С и давление 101,33 кПа) проводят по формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot (273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33}, \text{ где}$$

$V_t$  – объем воздуха, отобранного для анализа,  $\text{дм}^3$ ;

$P$  – барометрическое давление, кПа ( $101,33 \text{ кПа} = 760 \text{ мм рт. ст.}$ );

$t$  – 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.



## Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

t° С	Давление P, кПа/мм рт. ст.									
	97,33/730	97,86/734	98,4/738	98,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,33/760	101,86/764
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0986	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
-6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
-2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+ 2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+ 6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	0,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9432	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

## Приложение 3

**Указатель основных синонимов, технических,  
торговых и фирменных названий веществ**

	стр.
1. Димезон S	74
2. Индометацин	170
3. Имипротрин	97
4. Метомил	138
5. Метсульфурон-метил	146
6. Мирамистин	80
7. Ортофталевый альдегид	21
8. Пероксигидрат фторида калия	113
9. Перфтор-2-метил-3-окса-октановая кислота	162
10. Сульфенамид Т	88
11. Супражил <sup>MNS</sup> /90	121
12. Супражил WP	37
13. Тетраацетилэтилендиамин	29
14. Трибенуронметил	154
15. Хладон 227-еа	64
16. Цетилпиридиний хлорид моногидрат	45
17. Циклобутанкарбонитрил	129
18. Щавелевая кислота дигидрат	178
19. Этиленмочевина	105