УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор
АО «Климский институт охраны и условий труда
_____ А.В. Москвичев

«25» апреля 2019 г.

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ КРЕМНИЯ ДИОКСИДА КРИСТАЛЛИЧЕСКОГО В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ МЕТОДОМ ФОТОМЕТРИИ ДЛЯ ЦЕЛЕЙ СПЕЦИАЛЬНОЙ ОЦЕНКИ УСЛОВИЙ ТРУДА

МИ ХВ-43.01-2018

Москва
2018

gost.e-ecolog.ru

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Акционерным обществом «Клинский институт охраны и условий труда» (АО КИОУТ) «25» апреля 2018 г.

2 АТТЕСТОВАНА Федеральным государственным унитарным предприятием «Уральский научно-исследовательский институт метрологии»

3 УТВЕРЖДЕНА «25» апреля 2019 г. приказом Генерального директора АО КИОУТ № 014-ОД

СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ от «25» апреля 2019 г. № 222.0059/RA.RU.311866/2019 выдано ФГУП «УНИИМ»

СВЕДЕНИЯ О РЕГИСТРАЦИИ В ФЕДЕРАЛЬНОМ ИНФОРМАЦИОННОМ ФОНДЕ_____

СВЕДЕНИЯ ОБ АУТЕНТИЧНОСТИ ЭКЗЕМПЛЯРА

ЭКЗЕМПЛЯР АУТЕНТИЧЕН (заверяется печатью организации-разработчика)

Экземпляр принадлежит организации _____

_____

_____

_____

_____

М.П. ИНН_____

Содержание

1. Вводная часть 4
1.1. Назначение методики 4
1.2. Область применения 5
2. Нормативные ссылки 5
3. Термины и определения, сокращения 8
3.1 Термины и определения 8
3.2. Сокращения 9
4. Требования к показателям точности измерений 10
5. Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам, стандартным образцам и реактивам 10
6 Метод измерений 16
7 Требования безопасности, охраны окружающей среды 17
8 Требования к квалификации операторов 18
9 Требования к условиям проведения измерений 18
10 Подготовка к выполнению измерений в лабораторном помещении 19
11 Подготовка к выполнению измерений на рабочем месте, подлежащем специальной оценки условий труда 25
11.1 Составления плана измерений 25
11.2 Отбор пробы ВРЗ 27
12 Порядок выполнения измерений в лабораторном помещении 28
13 Обработка результатов измерений 30
14 Оформление результатов измерений 33
15 Контроль точности (качества) результатов измерений 35
Приложение А (справочное) Сведения о спектрофотометрах утвержденного типа 38
Приложение Б (обязательное) Метрологические характеристики методики измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в воздухе рабочей зоны методом фотометрии 39
Приложение В (рекомендуемое) Перечень данных, содержащихся в протоколе измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического для специальной оценки условий труда 40
Библиография 43

Методика измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в воздухе рабочей зоны методом фотометрии

1. Вводная часть

1.1. Назначение методики

1.1.1 Настоящий документ регламентирует методику измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в воздухе рабочей зоны методом фотометрии.

1.1.2 Методика измерений позволяет измерять массовую концентрацию кремния диоксида кристаллического в воздухе рабочей зоны в течение нормативной продолжительности T_0[1] по составляющим временным интервалам T_m.

1.1.3 Результаты измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в воздухе рабочей зоны используют для целей специальной оценки условий труда, предусмотренной действующим законодательством [1, 2].

1.1.4 Методика измерений разработана с учетом требований ГОСТ Р 8.563. Диапазон измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в воздухе рабочей зоны по методике составляет от 0,5 до 60,0 мг/м^3.

Значения предельно допустимых концентраций для вещества «кремний диоксид кристаллический» в воздухе рабочей зоны при различных значениях его содержания в пыли приведены в ГН 2.2.5.3532.

---

[1] T_0 – нормативная продолжительность рабочей смены или рабочего дня, равная 8-ми часам при ежедневном режиме работы. При сменном режиме работы T_0 рассчитывается из условия, что продолжительность рабочей недели не должна превышать 40 часов в неделю и в среднем не может превышать 8-ми часов за рабочей день

1.2. Область применения

1.2.1 Настоящий документ предназначен для использования испытательными лабораториями (центрами), аккредитованными в национальной системе аккредитации [4] и уполномоченными осуществлять измерения показателей состава воздуха рабочей зоны или контроль воздуха рабочей зоны.

1.2.2 Настоящий документ применяется для периода оценки продолжительностью T_0 , состоящего из интервалов времени (m) со следующими свойствами:

- наличие в воздухе рабочей зоны кремния диоксида кристаллического создается одним или несколькими источниками, характерными для этого интервала;

- продолжительность характерных интервалов за период оценки может быть измерена или установлена в результате анализа производственной деятельности работника на рабочем месте.

2. Нормативные ссылки

В настоящем документе использованы ссылки на нормативные документы:

ГОСТ 83-79 «Реактивы. Натрий углекислый. Технические условия».

ГОСТ 427-75 «Линейки измерительные металлические. Технические условия».

ГОСТ 1770-74 «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия».

ГОСТ 3760-79 «Реактивы. Аммиак водный. Технические условия».

ГОСТ 3765-78 «Реактивы. Аммоний молибденовокислый. Технические условия».

ГОСТ 4165-78 «Реактивы. Медь (II) сернокислая 5-водная. Технические условия».

ГОСТ 4204-77 «Реактивы. Кислота серная. Технические условия».

ГОСТ 4217-77 «Реактивы. Калий азотнокислый. Технические условия».

ГОСТ 4220-75 «Калий двухромовокислый. Технические условия».

ГОСТ 4233-77 «Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия».

ГОСТ 4328-77 «Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия».

ГОСТ 4332-76 «Калий углекислый - натрий углекислый. Технические условия».

ГОСТ 4517-2016 «Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе».

ГОСТ 5817-77 «Реактивы. Кислота винная. Технические условия».

ГОСТ 6709-72 «Вода дистиллированная. Технические условия».

ГОСТ 8711-93 «Приборы аналоговые показывающие электроизмерительные прямого действия и вспомогательные части к ним. Часть 2. Особые требования к амперметрам и вольтметрам».

ГОСТ 9147-80 «Посуда и оборудование лабораторные фарфоровые. Технические условия».

ГОСТ 9428-73 «Реактивы. Кремний (IV) оксид. Технические условия».

ГОСТ 14919-83 «Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия».

ГОСТ 21241-89 «Пинцеты медицинские. Общие технические требования и методы испытаний».

ГОСТ 25336-82 «Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры».

ГОСТ 29227-91 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования».

ГОСТ Р 51945-2002 «Аспираторы. Общие технические условия».

ГОСТ Р 52501-2005 «Вода для лабораторного анализа. Технические условия».

ГОСТ Р 55878-2013 «Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный. Технические условия».

ГОСТ Р 8.563-2009 «ГСИ. Методики (методы) измерений».

ГОСТ 12.0.004-2015 «ССБТ. Организация обучения безопасности труда. Общие положения».

ГОСТ 12.1.004-91 «ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования».

ГОСТ 12.1.005-88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны».

ГОСТ 12.1.007-76 «ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности».

ГОСТ 12.1.019-2017 «ССБТ. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

ГОСТ 12.4.009-83 «ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание».

ГН 2.2.5.3532-18 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

РМГ 76-2014 «ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

СТП ТУ КОМП 2-724-15 «Аскорбиновая кислота. Технические условия».

ТУ 6-09-1678-95 «Фильтры обеззоленные (белая, красная, синяя ленты)».

ТУ 6-09-4711-81 «Реактивы. Кальций хлористый (обезвоженный), чистый».

ТУ 92-891.004-89 «Стеклоизделия лабораторные».

ТУ 9398-003-001521106-2003 «Трубки силиконовые».

ТУ 95-1021-82 «Фильтродержатели ИРА».

ТУ 95-1892-89 «Фильтры АФА».

ТУ 2642-054-23050963-2008 «Универсальная индикаторная бумага (pH 0-12)».

ТУ 1916-027-27208846-01 «Изделия из стеклоуглерода марки СУ-2000».

П р и м е ч а н и е – При пользовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных нормативных документов на официальном интернет ресурсе gost.e-ecolog.ru :ли ссылочный нормативны документ заменен (изменен), то при пользовании настоящим документом следует руководствоваться заменяющим (измененным) нормативным документом. Если ссылочный нормативный документ отменен без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

3. Термины и определения, сокращения

3.1 Термины и определения

В настоящем документе применены термины с соответствующими определениями по ГОСТ Р 8.563, ГОСТ 12.1.005, а также следующие:

3.1.1 **Период оценки:** установленный временной интервал, для которого измеряется значение нормируемого вредного и (или) опасного фактора трудового процесса.

П р и м е ч а н и е – Для специальной оценки условий труда это нормативная продолжительность рабочей смены или рабочего дня.

3.1.2 **Рабочее место**: место, где работник должен находиться или куда ему необходимо прибыть в связи с его работой и которое прямо или косвенно находится под контролем работодателя [Федеральный закон от 30.12.2001 г. № 197-ФЗ [2], статья 209, понятие 6].

3.1.3 **Точка измерения:** точка пространства, в которой осуществляется единичное измерение вредного и (или) опасного фактора трудового процесса.

3.1.4 **Время измерения:** продолжительность проведения единичного измерения.

3.1.5 **Протокол измерений:** документ, содержащий результаты

измерений.

3.1.6 **Среднесменная концентрация** $K_{сс}$: Массовая концентрация вредного вещества в воздухе рабочей зоны, усредненная за восьмичасовую рабочую смену.

Примечания

1 За единицу среднесменной концентрации принято принимать единицу массовой концентрации – миллиграмм на кубический метр (мг/м^3).

2 Предельно допустимую среднесменную концентрацию вредного вещества принято обозначать как ПДК$_{сс}$.

3.1.7 **Максимальная разовая концентрация** $K_{мр}$: Массовая концентрация вредного вещества в воздухе рабочей зоны, ассоциированная с временным интервалом, продолжительность которого определяется природой воздействия вредного вещества.

Примечания

1 За единицу максимально разовой концентрации принято принимать единицу массовой концентрации – миллиграмм на кубический метр (мг/м^3).

2 По природе воздействия вредные вещества по ГН 2.2.5.3532 классифицируют на общетоксические вещества 1-4 классов опасности; вещества, опасные для развития острого отравления; канцерогены; вещества, опасные для репродуктивного здоровья человека; аллергены; противоопухолевые лекарственные средства; гормоны (эстрогены); наркотические анальгетики; ферменты микробного происхождения.

3 Временной интервал для максимально разовой концентрации обычно принято принимать равным 15 минут или 30 минут, дополнительно см. ГОСТ 12.1.005.

4 Предельно допустимую максимально разовую концентрацию вредного вещества принято обозначать как ПДК$_{мр}$.

3.2. Сокращения

В настоящем документе применены следующие сокращения:

СИ – средство измерений.

ВРЗ – воздух рабочей зоны.

4. Требования к показателям точности измерений

4.1 Требования к точности применяемых средств измерений в соответствии с [5].

4.2 Значение приписанной характеристики относительной погрешности результатов измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в воздухе рабочей зоны за установленный временной интервал нормативной продолжительности T_m или T_0 приведены в Таблице Б.1 Приложения Б.

4.3 Возможные источники дополнительной погрешности, не связанные с математической моделью процесса измерений, которые следует исключить при выполнении измерений:

- некорректный выбор точки измерения;
- несоблюдение требований к температуре и влажности воздуха, атмосферному давлению при проведении измерений;
- несоблюдение требований эксплуатационной документации на используемые средства измерений.

4.4 Метрологические характеристики методики измерений, приведенные в Приложении Б, используют при:

- внедрении методики измерений в деятельность лаборатории (первичная верификация);
- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний, в том числе при проверке квалификации лаборатории посредством межлабораторных сличительных испытаний.

5. Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам, стандартным образцам и реактивам

5.1. При выполнении измерений применяются следующие средства измерений **утвержденного типа**:

5.1.1 Спектрофотометр со следующими метрологическими характеристиками: спектральный диапазон от 700 до 850 нм; диапазон измерений спектрального коэффициента направленного пропускания от 1 до 99; пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений спектрального коэффициента направленного пропускания не хуже ±1,0 %, в комплекте с кюветами из оптического (или) кварцевого стекла длиной 10 мм.

Примечание – Справочная информация о некоторых соответствующих требованиям спектрофотометрах утвержденного типа приведена в Приложении А.

5.1.2 Средство измерений температуры воздуха – термометр или комплект термометров, со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений температуры воздуха от -30 °С до +50 °С; пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры не хуже ±0,2 °С.

5.1.3 Средство измерений относительной влажности воздуха, со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений относительной влажности от 5 % до 95 %; пределы допускаемой (абсолютной) погрешности измерений относительной влажности не хуже ±5 %.

5.1.4 Средство измерений атмосферного давления, со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений атмосферного давления от 80 до 110 кПа (от 800 до 1100 гПа), пределы допускаемой относительной погрешности измерений атмосферного давления не хуже ±0,6 %.

5.1.5 Средство измерений массы – весы лабораторные со следующими метрологическими характеристиками: класс точности «высокий» или «специальный», действительная цена деления (цена деления) не более 1 мг максимальная нагрузка (наибольший предел взвешивания) не более 300 г.

5.1.6 Средство измерений объемного расхода воздуха или объема отобранного воздуха – аспиратор по ГОСТ Р 51945, обеспечивающий при

заданном значении объемного расхода воздуха (см. п.9.5) характеристику относительной погрешности объемного расхода воздуха (объема отобранного воздуха) не хуже ±10 %.

Примечание – Пределы **приведенной** погрешности аспираторов ±5 %, широко встречающихся в лабораториях, обычно приведены к нормирующему значению – верхнему пределу измерений расхода, подробнее см. п.5.2.7.4.2 и п.8.6.3.5.1 ГОСТ Р 51945.

5.1.7 Средство измерений времени (секундомер, таймер) со следующими метрологическими характеристиками: возможность измерения временного интервала на менее 30 мин; пределы допускаемой погрешности за период 1,000 ч (3600 с) не хуже ±4 с.

Примечание – Данное СИ не требуется иметь в наличии отдельно, если измерение времени предусмотрено конструкцией аспиратора по п.5.1.6.

5.1.8 Средство измерений напряжения в электрической сети (вольтметр), питающей осветительные установки, со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений напряжения от 5 до 1000 В; класс точности не ниже 1,5 по ГОСТ 8711.

5.1.9 Средство измерений высоты: линейка длиной не менее 1500 мм по ГОСТ 427-75 и лазерный дальномер со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений высоты от 0,4 до 2,0 м, пределы допускаемой относительной погрешности не хуже ±2,5 %.

5.1.10 Средство измерений температуры жидкости – термометр или комплект термометров, со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений температуры жидкости от 0 °С до 100 °С; пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры не хуже ±0,3 °С.

5.1.11 Цилиндры мерные вместимостью 10, 25, 100 $см^3$, 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

5.1.12 Колбы мерные вместимостью 50, 100 $см^3$, 2-го класса точности

по ГОСТ 1770.

5.1.13 Пипетки градуированные вместимостью 1, 5, 10, 20, 25 $см^3$, 2-го класса точности по ГОСТ 29227.

5.1.14 Дозатор механический одноканальный варьируемого объема от 100 до 1000 $мм^3$ с допускаемым относительным отклонением среднего объема дозы от номинального не более ±2 %.

5.2. Средства измерений по п.п.5.1.2-5.1.4 применяются для цели измерений, а также контроля условий измерений совместно с СИ по п.5.1.8. Средства измерений по п.п.5.1.2-5.1.4 могут быть конструктивно объединены в одно средство измерений, например: термогигрометр, термогигрометр с каналом измерения атмосферного давления, прибор контроля параметров воздушной среды и т.п.

5.3. Все средства измерения должны быть поверены в установленном порядке [6].

5.4. Эксплуатация и хранение средств измерения должны осуществляться в соответствии с эксплуатационной документацией из комплекта поставки.

5.5. При выполнении измерений применяются следующее вспомогательное оборудование, материалы, реактивы и стандартные образцы:

5.5.1 Печь муфельная лабораторная, обеспечивающая регулируемый нагрев и поддержание температуры в диапазоне от 300 °С до 800 °С с допускаемым отклонением ±10 °С.

5.5.2 Шкаф сушильный лабораторный, обеспечивающий регулируемый нагрев и поддержание температуры в диапазоне от 50 до 200 °С с допускаемым отклонением ±10 °С.

5.5.3 Плитка электрическая по ГОСТ 14919.

5.5.4 Насос вакуумный любого типа.

5.5.5 Тигель стеклоуглеродный № 5, вместимость 40 $см^3$ по ТУ 1916-027-27208846-01.

5.5.6 Щипцы тигельные с насечкой, нержавеющая сталь, 500 мм.

5.5.7 Ступка агатовая с пестиком, 120 $см^3$.

5.5.8 Колба коническая со шлифом КН-1-50-14/23, с делениями, ТС по ГОСТ 25336.

5.5.9 Воронка лабораторная полипропиленовая В-75-76.

5.5.10 Бумага фильтровальная «синяя лента» по ТУ 6-09-1678-95.

5.5.11 Фильтродержатель ИРА-20-1 по ТУ 95-1021.

5.5.12 Трубки силиконовые по ТУ 9398-003-001521106.

5.5.13 Фильтры АФА-ВП-20 по ТУ 95-1892.

5.5.14 Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.

5.5.15 Бумага индикаторная универсальная pH-0-12 по ТУ 2642-054-23050963.

5.5.16 Воронка Бюхнера № 3 фарфоровая, 200 $см^3$ по ГОСТ 9147.

5.5.17 Колба 2-500-29/32 ТС Бунзена ГОСТ 25336.

5.5.18 Стакан В-1-600 ТС по ГОСТ 25336.

5.5.19 Чашка ЧКЦ-1(2)-1000 по ГОСТ 25336.

5.5.20 Чашка ЧВП-1(2)-5000 по ГОСТ 25336.

5.5.21 Стакан В-1-150 ТС по ГОСТ 25336.

5.5.22 Стакан В-1-250 ТС по ГОСТ 25336.

5.5.23 Стакан В-1-50 ТС по ГОСТ 25336.

5.5.24 Посуда полиэтиленовая (полипропиленовая) для хранения растворов.

5.5.25 Эксикатор 1-250 по ГОСТ 25336.

5.5.26 Вставка для эксикатора 1(2)-230 по ГОСТ 9147.

5.2.27 Холодильник бытовой.

5.2.28 Кальций хлористый обезвоженный по ТУ 6-09-4711, квалификация ч.

5.5.29 Натрий хлористый по ГОСТ 4233, квалификация х.ч.

5.5.30 Калий-натрий углекислый по ГОСТ 4332, квалификация х.ч.

5.5.31 Калий азотнокислый по ГОСТ 4217, квалификация х.ч.

5.5.32 Серная кислота по ГОСТ 4204, плотность 1,83 г/см^3, квалификация ч.д.а.

5.5.33 Натрий углекислый по ГОСТ 83, квалификация х.ч.

5.5.34 Кислота винная по ГОСТ 5817, квалификация ч.д.а.

5.5.35 Аскорбиновая кислота по СТП ТУ КОМП 2-724-15, квалификация х.ч.

5.5.36 Медь (II) сернокислая 5-водная по ГОСТ 4165, квалификация ч.д.а.

5.5.37 Аммоний молибденовокислый по ГОСТ 3765, квалификация х.ч.,

5.5.38 Аммиак водный по ГОСТ 3760, квалификация ч.д.а.

5.5.39 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный по ГОСТ Р 55878, сорт первый.

5.5.40 Натрия гидроокись по ГОСТ 4328, квалификация х.ч.

5.5.41 Калий двухромовокислый по ГОСТ 4220, квалификация х.ч.

5.5.42 Фильтры "Синяя лента" по ТУ 6-09-1678, d=12,5 см.

5.5.43 Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 или вода для лабораторного анализа по ГОСТ Р 52501.

5.5.44 Кремний (IV) оксид по ГОСТ 9428, квалификация ч.д.а.

5.5.45 Стандартный образец утвержденного типа массовой концентрации кремния в растворе силиката натрия, ГСО 8934-2008, с аттестованным значением массовой концентрации кремния в интервале (0,95-1,05) г/дм^3, границами относительной погрешности аттестованного значения ± 2 % (при Р=0,95).

П р и м е ч а н и е – Допускается использование другого вспомогательного оборудования с техническими характеристиками не хуже указанных. Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативной документации, в том числе импортных.

6 Метод измерений

6.1 Измерение массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в воздухе рабочей зоны выполняют фотометрическим методом.

Отбор аэрозоля кремния диоксида кристаллического, находящегося в ВРЗ, проводят концентрированием на фильтры АФА-ВП-20.

Метод измерений основан на измерении оптической плотности окрашенного в синий цвет раствора кремнемолибденового комплексного соединения, получаемого после поглощения пыли, содержащей соединения кремния фильтром АФА, озолении фильтра с осадком, избирательном сплавлении кремния диоксида кристаллического со смесью калия-натрия углекислого, хлористого натрия и калия азотнокислого и дальнейшем растворении полученного кремнекислого натрия.

Измерение оптической плотности раствора окрашенного продукта реакции проводят при длине волны 815 нм. Массу кремния диоксида кристаллического в анализируемом растворе определяют по заранее установленной градуировочной характеристике спектрофотометра.

6.2 Основные сведения о вредном веществе «кремний диоксид кристаллический»

- Брутто-формула: SiO_2
- Молярная масса: 60,084 г/моль
- В воздухе находится в виде аэрозоля.

Диоксид кремния обладает умеренно токсическим действием. При вдыхании в виде пыли действует раздражающе на слизистые оболочки дыхательных путей. При отложении в легких относительно хорошо растворимых частиц высокодисперсных разновидностей SiO_2 отмечаются проявления общетоксического действия кремневой кислоты, в частности, действие на печень. Первичные патологические изменения, вызываемые SiO_2 развиваются в местах отложения и задержки пылевых частиц. Общие

проявления вредного действия SiO_2 на организм являются, как правило, вторичными.

Типичное заболевание, возникающее под действием кремнеземсодержащей пыли – силикоз. Наиболее опасен прогрессирующий фиброз легочной ткани (пылевой пневмосклероз). Наиболее силикозоопасны частицы диаметром 1-2 мкм.

7 Требования безопасности, охраны окружающей среды

При выполнении измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в ВРЗ соблюдают следующие требования:

7.1. Требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

7.2. Требования безопасности при работе с электроустановками по [7], ГОСТ 12.1.019.

7.3. Лабораторное помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004, иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

7.4. Содержание вредных веществ в воздухе лабораторного помещения не должно превышать допустимых значений по ГН 2.2.5.3532.

7.5. Выполняющие измерения должны быть обучены правилам безопасности труда по ГОСТ 12.0.004.

7.6. Лица, проводящие отбор проб ВРЗ, измерения, при необходимости, должны быть обеспечены средствами индивидуальной защиты.

7.7. Работы, связанные с отбором проб ВРЗ на высоте, допускается проводить только при наличии прочных и устойчивых площадок, огражденных перилами.

7.8. Все образующиеся отходы в результате выполнения работ по данной методике утилизируют. Утилизацию растворов и проб, содержащих кислоты, кремния диоксид кристаллический после выполнения измерений проводят в соответствии с локальными нормативными документами, действующими в лаборатории (в организации).

8 Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений по настоящей методике допускают лиц:

– соответствующих требованиям, предъявляемым к лицам, непосредственно выполняющих работы по исследованиям (испытаниям) и измерениям в области аккредитации испытательной лаборатории (центра) (устанавливаются локальными документами Федеральной службы по аккредитации);

– прошедших специальное обучение по охране труда;

– прошедших инструктаж по охране труда при работе с электроизмерительными приборами и электроустановками;

– изучивших эксплуатационную документацию на используемые средства измерений и настоящий документ.

9 Требования к условиям проведения измерений

9.1. При отборе проб ВРЗ соблюдают условия, приведенные в эксплуатационной документации на СИ по п.п.5.1.2-5.1.4 и п.п.5.1.6-5.1.7.

9.2. При выполнении измерений в лабораторном помещении соблюдают условия, приведенные в эксплуатационной документации на СИ, в общем случае:

- температура воздуха (20±5) °С;

- атмосферное давление (84,0-106,0) кПа;

- относительная влажность воздуха не более 80 % при температуре 25 °С (отсутствуют следы конденсации влаги при любой температуре);

- напряжение электрической сети (220±10) В.

10 Подготовка к выполнению измерений в лабораторном помещении

10.1 Подготовка спектрофотометра

Подготовку спектрофотометра проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

10.2 Подготовка лабораторной посуды

10.2.1 Стеклянную посуду моют хромовой смесью, приготовленной в соответствии с 10.3.11, промывают проточной водопроводной водой и трижды ополаскивают дистиллированной водой.

10.2.2 В стеклоуглеродных тиглях дважды расплавляют 0,1 г составного плавня.

10.3 Приготовление растворов

Дистиллированная вода, используемая для приготовления растворов, должна быть свежеперегнанная.

Воду и растворы необходимо хранить в посуде из полимерного материала, т.к. при хранении в стеклянной посуде возможно загрязнение силикатами из стекла.

10.3.1 Приготовление раствора серной кислоты с молярной концентрацией $c(1/2\ H_2SO_4)$=2 моль/дм^3 (2 н.).

В мерную колбу вместимостью 200 см^3 помещают мерным цилиндром 50 см^3 дистиллированной воды, осторожно при перемешивании вливают 11,2 см^3 концентрированной серной кислоты (плотность 1,84 г/см^3), доводят раствор дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в посуде из полимерного материала в течение 3 месяцев.

10.3.2 Приготовление раствора серной кислоты с молярной концентрацией $c(1/2\ H_2SO_4)$=1 моль/дм^3 (1 н.).

В мерную колбу вместимостью 200 $см^3$ помещают мерным цилиндром 50 $см^3$ дистиллированной воды, осторожно при перемешивании вливают 5,6 $см^3$ концентрированной серной кислоты (плотность 1,84 $г/см^3$), доводят раствор дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в посуде из полимерного материала в течение 3 месяцев.

10.3.3 Приготовление 7%-го раствора аммония молибденовокислого.

7,0 г аммония молибденовокислого, взвешенного с точностью до первого знака после запятой, помещают в стакан вместимостью 150 $см^3$, растворяют в 93 $см^3$ дистиллированной воды, отмеренной мерным цилиндром вместимостью 100 $см^3$, и перемешивают. Раствор хранят в посуде из полимерного материала в течение 10 дней.

П р и м е ч а н и е – При необходимости аммоний молибденовокислый перекристаллизовывают по Приложению Г .

10.3.4 Приготовление 5%-го раствора винной кислоты

5,0 г винной кислоты, взвешенной с точностью до первого знака после запятой, помещают в стакан вместимостью 150 $см^3$, растворяют в 95 $см^3$ дистиллированной воды, отмеренной мерным цилиндром вместимостью 100 $см^3$, и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

10.3.5 Приготовление 1%-го раствора аскорбиновой кислоты

1,0 г аскорбиновой кислоты, взвешенной с точностью до первого знака после запятой, помещают в стакан вместимостью 150 $см^3$, растворяют в 99 $см^3$ дистиллированной воды, отмеренной мерным цилиндром вместимостью 100 $см^3$, и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

10.3.6 Приготовление восстановительной смеси.

0,020 г меди (II) сернокислой 5-водной, взвешенной с точностью до третьего знака после запятой, помещают в стакан вместимостью 50 $см^3$, растворяют в 20 $см^3$ 1%-го раствора аскорбиновой кислоты, приготовленного по п.10.3.5, отмеренного мерным цилиндром вместимостью 25 $см^3$, и перемешивают. Раствор используют свежеприготовленным.

10.3.7 Приготовление раствора кремния массовой концентрации 0,00935 мг/см^3, что соответствует массовой концентрации диоксида кремния 20 мкг/см^3 (далее по тексту – раствор «*20 мкг/см^3 диоксида кремния*»).

Раствор «*20 мкг/см^3 диоксида кремния*» готовят разбавлением стандартного образца утвержденного типа ГСО 8934-2008. Для приготовления раствора отбирают микродозатором 470 мм^3 (мкл) раствора ГСО, помещают аликвоту раствора ГСО в мерную колбу вместимостью 50 см^3, добавляют 20-30 см^3 дистиллированной воды, добавляют 1,5 см^3 раствора серной кислоты (1 н.), приготовленного по 10.3.2, доводят объём в колбе до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Полученный раствор используют свежеприготовленным.

Примечание – Значение объема аликвоты раствора ГСО 8934-2008, необходимого для приготовления раствора кремния, целесообразно уточнить с помощью расчета, в том случае, если массовая концентрация кремния в паспорте на конкретную партию ГСО не равна точно 1,00 г/дм^3 .

10.3.8 Приготовление 10%-го раствора натрия гидроокиси

10,0 г натрия гидроокиси, взвешенной с точностью до первого знака после запятой, помещают в стакан вместимостью 150 см^3, растворяют 90 см^3 дистиллированной воды, отмеренной мерным цилиндром вместимостью 100 см^3, и перемешивают. Раствор хранят в посуде из полимерного материала в течение месяца.

10.3.9 Приготовление составного плавня

Плавень готовят из свежевысушенных при 105 °С весовых частей калия углекислого - натрия углекислого, натрия хлористого и калия азотнокислого в соотношении (16:8:1), соответственно, тщательно растертых и смешанных в агатовой ступке. Смесь хранят в плотно закрытой полимерной емкости.

10.3.10 Приготовление 5 %-го раствора натрия углекислого

5,0 г натрия углекислого, взвешенного с точностью до первого знака после запятой, помещают в стакан вместимостью 150 см^3, растворяют в 95 см^3 дистиллированной воды, отмеренной мерным цилиндром вместимостью

100 см^3, и перемешивают. Раствор хранят в посуде из полимерного материала в течение 1 месяца.

10.3.11 Приготовление смеси хромовой

Смесь хромовую готовят по п.4.152 ГОСТ 4517. Смесь хромовую хранят в сосуде темного из стекла.

10.3.12 Приготовление градуировочных растворов и раствора сравнения («нулевого раствора»)

10.3.12.1 В конические колбы вместимостью 50 см^3 вносят с помощью градуированных пипеток аликвотные части раствора «*20 мкг/см^3 диоксида кремния*», приготовленного по 10.3.7, в соответствии с таблицей 1, доводят объемы растворов в колбах до 20,0 см^3 дистиллированной водой.

Т а б л и ц а 1. Приготовление градуировочных растворов и раствора сравнения («нулевого раствора»)

Наименование или номер градуировочного раствора	Объем аликвоты раствора «*20 мкг/см^3 диоксида кремния*», см^3	Объем дистиллированной воды, см^3	Заданное значение массы кремния диоксида в 20,0 см^3 градуировочного раствора, мкг
«нулевой раствор»	0	20,0	0
1	0,6	19,4	12
2	1,0	19,0	20
3	1,5	18,5	30
4	2,5	18,0	50
5	5,0	15,0	100
6	10,0	10,0	200
П р и м е ч а н и е – Раствор № 6 готовят только в случае использования лабораторией спектрофотометра высокого технического уровня способного с приемлемой точностью измерять высокие значения оптической плотности: 3,0 или более			

10.3.12.2 Для установления градуировочной характеристики в каждую коническую колбу с градуировочным раствором добавляют по

1,5 см^3 раствора серной кислоты (1 н.), приготовленного по п.10.3.2, и 1,0 см^3 7%-го раствора аммония молибденовокислого, приготовленного по 10.3.3. Содержимое колб перемешивают и оставляют на 5 минут для развития окраски желтого комплекса.

Затем проводят химическое восстановление желтого кремнемолибденовокислого комплексного соединения. К растворам добавляют по 5 см^3 5%-го раствора винной кислоты, приготовленного по 10.3., и по 0,5 см^3 восстановительной смеси, приготовленной по 10.3.6. Растворы тщательно перемешивают после добавления каждого реактива и оставляют на 25 минут (не более 40 минут) для полного развития окраски.

10.4 Установление градуировочной характеристики спектрофотометра

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности градуировочного раствора от массы диоксида кремния в градуировочном растворе, устанавливают по шести сериям измерений.

Измерение оптической плотности градуировочных растворов проводят при длине волны 815 нм в кюветах с длиной оптического слоя 10 мм, относительно раствора сравнения («нулевого раствора»). Измерения проводят в порядке возрастания значения массы диоксида кремния в градуировочном растворе.

Примечание – Значения массы диоксида кремния в градуировочных растворах приведены в последнем столбце Таблицы 1.

Результаты измерений оптической плотности по каждому раствору усредняют, по полученным средним значениям оптических плотностей строят градуировочный график в координатах: средняя оптическая плотность ($\overline{D}$) – «масса кремния диоксида» в градуировочном растворе (m, мкг) в виде:

$$\overline{D} = a + b \cdot m, \qquad (1)$$

где

a, b – градуировочные коэффициенты, найденные методом наименьших квадратов.

Проверку линейности градуировочной характеристики спектрофотометра проводят согласно действующего нормативного документа, регламентирующего установление градуировочных характеристик средств измерений.

Градуировочную характеристику устанавливают заново при поверке, ремонте или смене средства измерений, но не реже одного раза в год.

10.5 Контроль стабильности градуировочной характеристики спектрофотометра

Контроль стабильности градуировочной характеристики спектрофотометра проводят не реже одного раза в квартал или при смене партии реактивов. Средствами контроля являются свежеприготовленные градуировочные растворы (не менее 2 растворов) или растворы приготовленные по технологии приготовления градуировочных растворов, но с отличающимися заданными значениями массы диоксида кремния.

Градуировочную зависимость считают стабильной при выполнении для каждого градуировочного раствора следующего условия:

$$|m - m_{гр}| \leq K_{гх}, \qquad (2)$$

где

m – результат контрольного измерения массы кремния диоксида в градуировочном растворе, мкг;

$m_{гр}$ – заданная по процедуре приготовления масса кремния диоксида в градуировочном растворе, мкг;

$K_{гх}$ – норматив контроля стабильности градуировочной характеристики, мкг, рассчитанный по формуле (3):

$$K_{гх} = 0,01 \cdot \delta_{гх} \cdot m_{го}, \qquad (3)$$

где

δ_{cx} – характеристика относительной погрешности установления градуировочной характеристики, равная 13 %.

Если условие (2) выполняется для обоих градуировочных растворов, то результат контроля стабильности удовлетворительный, градуировочная характеристика стабильна. Если условие (2) не выполняется по обоим растворам, то градуировочная характеристика нестабильна и необходимо установить новую градуировочную характеристику спектрофотометра.

Если условие (2) не выполняется только по одному раствору из двух, то необходимо повторить приготовление этого раствора и его контрольное измерение. В случае повторного невыполнения условия (2) необходимо установить новую градуировочную характеристику спектрофотометра. При повторном выполнении условия (2) делают вывод о том, что градуировочная характеристика стабильна.

11 Подготовка к выполнению измерений на рабочем месте, подлежащем специальной оценки условий труда

11.1 Составления плана измерений

11.1.1 Проводят предварительный анализ рабочего места с целью выявления пространственного расположения рабочей зоны, источников кремния диоксида кристаллического применительно к рабочей зоне (рабочему месту).

11.1.2 При проведении специальной оценки условий труда для оценивания массовой концентрации кремния диоксида кристаллического за временной интервал T_0 (нормативная продолжительность рабочей смены или рабочего дня), в зависимости от характера рабочего места, режимов работы, установленных источников поступления кремния диоксида кристаллического в ВРЗ, определяют временные интервалы T_m . Рекомендуемая

продолжительность составляющего временного интервала не менее 30 минут.

11.1.3 Составляющие интервалы должны соответствовать требованиям п. 1.2.2. Характеристики выбранных составляющих интервалов заносятся в протокол измерений (Приложение В).

11.1.4 Для каждого временного интервала T_m необходимо провести не менее 3-х однократных отборов проб ВРЗ, равномерно распределенных по временной продолжительности составляющего интервала, то есть количество однократных отборов проб M в каждом временном интервале T_m должно быть равно трем $M=3$.

Примечание – Для составляющего временного интервала продолжительностью не более 30 минут допустимо провести разовый однократный отбор пробы аналогичной продолжительностью.

11.1.5 Если рабочая зона является достаточно протяженной в пространстве с учетом перемещений работника и (или) содержит несколько источников кремния диоксида кристаллического, то необходимо для каждого составляющего интервала провести не менее 3-х однократных отборов проб в точках, распределенных по пространству рабочей зоны.

11.1.6 По результатам проведенных мероприятий, указанных в п.п.11.1.1-11.1.5 составляют план измерений (или план отбора проб ВРЗ), в котором определены количество и расположение точек измерений, количество и временные границы составляющих интервалов, количество отборов проб ВРЗ в каждой точке, в каждом составляющем временном интервале.

Примечание – Составляющие интервалы могут быть одинаковыми по времени для разных точек измерений.

11.1.7 Требования к составлению плана измерений могут быть в дальнейшем уточнены или пересмотрены действующим нормативным правовым актом.

11.2 Отбор пробы ВРЗ

11.2.1 Отбор пробы ВРЗ должен проводиться при характерных производственных условиях, при штатном технологическом режиме работы оборудования.

11.2.2 Отбор проб ВРЗ на рабочих местах осуществляют в зоне дыхания или в случае невозможности такого отбора, с максимальным приближением к ней воздухозаборного устройства (на высоте 1,5 м от пола при работе стоя и 1,0 м – при работе сидя).

11.2.3 В начале и в конце отбора пробы ВРЗ с помощью соответствующих СИ измеряют температуру ВРЗ, атмосферное давление, относительную влажность ВРЗ. Начальные и конечные значения метеорологических параметров ВРЗ записывают.

11.2.4 Фильтр АФА-ВП-20, закреплённый в фильтродержателе ИРА-20-1, присоединяют с помощью соединительной силиконовой трубки к аспиратору и устанавливают в точку измерений. Отбирают пробу(-ы) ВРЗ объемом от 30 до 300 дм^3 за временной интервал 30 минут – воздух ВРЗ требуемого объема аспирируют через фильтр АФА-ВП-20, закрепленный в фильтродержателе. Требуемый объем пробы ВРЗ определяют на основе априорных сведений о предполагаемом содержании кремния диоксида кристаллического в ВРЗ, больший объем, отобранный пробы ВРЗ, необходим для измерения меньшей массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в ВРЗ. В случае если априорные сведения отсутствуют, рекомендуется предусмотреть «параллельный» обор пробы ВРЗ с разными объемными расходами в одной точке измерений с использованием двухканального или многоканального аспиратора, чтобы обеспечить разные значения объемов проб ВРЗ в диапазоне от 30 до 300 дм^3.

Выбор объемного расхода ВРЗ (дм^3/мин) на аспираторе с косвенным измерением объема проводят с учетом того, что характеристика относительной погрешности объемного расхода воздуха при выбранном значении должна быть не хуже ±10 %. При этом, особое внимание следует уделять аспираторам с пределами допускаемой приведенной погрешности (обычно, ±5 %), которая нормируется к верхнему пределу измерений объемного расхода у аспиратора.

11.2.5 Контроль времени отбора пробы ВРЗ ведут по секундомеру, если в аспираторе нет соответствующего таймера.

11.2.6 После отбора пробы ВРЗ фильтр АФА-ВП-20 осторожно вынимают из фильтродержателя, не касаясь руками его рабочей поверхности. При всех операциях, производимых с фильтром, следует использовать пинцет, чтобы не повредить рабочую поверхность фильтра. Фильтр складывают пополам запыленной поверхностью внутрь, помещают в полиэтиленовый пакет и доставляют в лабораторию.

Срок хранения фильтров 1 месяц.

12 Порядок выполнения измерений в лабораторном помещении

12.1 Фильтр, содержащий кремния диоксид кристаллический из ВРЗ, помещают в стеклоуглеродный тигель и озоляют в лабораторной муфельной печи при температуре 500-550 °С. По охлаждении зольный остаток в тигле смачивают двумя каплями этилового спирта, добавляют 5 см^3 10%-го раствора натрия гидроокиси, приготовленного по 10.3.8. Тигель со смесью помещают на кипящую водяную баню на 5-7 минут, не допуская разбрызгивания раствора. Затем добавляют 10-15 см^3 дистиллированной воды и содержимое тигля фильтруют через обеззоленный фильтр «синяя лента», помещенный в полипропиленовую воронку, промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод. Фильтр «синяя лента» с осадком помещают в тот же стеклоуглеродный тигель,

который устанавливают в охлажденную лабораторную муфельную печь, осторожно высушивают, озоляют и обугливают при температуре 500-550 °С. В тигель с охлажденным зольным остатком вносят 0,5 г составного плавня, приготовленного по 10.3.9, и помещают в нагретую до 750 °С муфельную печь. Сплавляют до получения однородного плава в течение 10 минут. Для обеспечения полноты сплавления через 3-5 минут тигель вынимают, содержимое перемешивают кругообразными движениями и снова помещают в печь на 3-5 минут.

К охлажденному плаву приливают 8 $см^3$ 5%-го раствора натрия углекислого, приготовленному по 10.3.10, и осторожно нагревают на водяной бане до полного растворения плава. Содержимое тигля фильтруют через беззольный фильтр в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, тигель промывают 3 раза горячей дистиллированной водой порциями по 6-8 $см^3$, фильтруя эти промывные растворы и присоединяя их к содержимому колбы. Раствор нейтрализуют примерно 5 $см^3$ раствором серной кислоты (2 н.) до pH 1-2, контролируя кислотность раствора универсальной индикаторной бумагой, и по охлаждении доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

12.2 Отбирают пипеткой аликвоту (0,5-20,0) $см^3$ (в зависимости от предполагаемого содержания кремния диоксида кристаллического в ВРЗ) полученного раствора из мерной колбы в коническую колбу вместимостью 50 $см^3$ и, если взятая аликвота менее 20,0 $см^3$, то доводят объем раствора до 20 $см^3$ дистиллированной водой.

Затем в коническую колбу с раствором добавляют 1,5 $см^3$ раствора серной кислоты (1 н.), приготовленного по 10.3.2, и 1,0 $см^3$ 7%-го раствора аммония молибденовокислого, приготовленного по 10.3.3. Раствор тщательно перемешивают после добавления каждого реактива и оставляют на 5 минут для развития окраски желтого комплекса.

К раствору добавляют 5 $см^3$ 5%-го раствора винной кислоты, приготовленного по 10.3.4, и 0,5 $см^3$ восстановительной смеси,

приготовленной по 10.3.6. Растворы тщательно перемешивают после добавления каждого реактива и оставляют на 25 минут для полного развития окраски.

12.3 Одновременно готовят раствор «холостого опыта». В стеклоуглеродный тигель помещают «чистый» фильтр АФА-ВП-20 и далее проводят операции в соответствии с п.п.12.1-12.2.

12.4 Раствор пробы, раствор «холостого опыта» оставляют на 25 минут (но не более 40 минут) для полного развития окраски. Измерение оптической плотности проводят при длине волны 815 нм в кюветах с длиной оптического слоя 10 мм, относительно раствора сравнения «нулевого раствора», приготовленного по п. 10.3.12. Значение оптической плотности раствора «холостого опыта» не должно превышать 0,020. Значение оптической плотности раствора «холостого опыта» вычитают из значения оптической плотности раствора пробы.

12.5 Повторяют все операции по п.п.12.1-12.4 для всех других отобранных проб ВРЗ (при необходимости).

13 Обработка результатов измерений

13.1 Результат единичного измерения массы кремния диоксида кристаллического, в отобранной пробе ВРЗ, (X_a, мкг) находят по формуле (4):

$$X_a = \frac{m \cdot V_{р-ра}}{V_a}, \qquad (4)$$

где

m – масса кремния диоксида кристаллического, найденная в аналитической пробе по градуировочной характеристике, мкг;

$V_{р-ра}$ – общий объем раствора, полученного по п.12.1, см^3 (50 см^3);

V_a – аликвотная часть раствора, полученного по п.12.1, взятая для приготовления аналитической пробы, см^3 ((0,5-20,0) см^3).

13.2 Результат единичного измерения массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в ВРЗ при однократном отборе пробы ВРЗ (X, мг/м^3) находят по формуле (5):

$$X = \frac{X_a}{V_{20}}, \quad (5)$$

где

X_a – масса кремния диоксида кристаллического, рассчитанная по формуле (4), мкг;

V_{20} – объем аспирированной пробы ВРЗ, приведенный к стандартным условиям по формуле (6), дм^3.

13.3 Приведение объёма аспирированной пробы ВРЗ к стандартным условиям, то есть температуре 20 °С и давлению 101,33 кПа, проводят по формуле (6):

$$V_{20} = V_t \cdot \frac{(273+20)\cdot P}{(273+t)\cdot 101{,}33} \quad (6)$$

где

V_t – объем аспирированной пробы ВРЗ в месте отбора пробы, дм^3;

P – атмосферное давление в месте отборе пробы, кПа;

t – температура ВРЗ в месте отбора пробы, °С.

Примечание – Значения P и t являются средними арифметическими значениями результатов измерений атмосферного давления и температуры ВРЗ, полученных в начале и конце отбора пробы (См. п.11.2.3).

13.4 За результат измерений (анализа), ассоциированного с временным интервалом T_m , принимают максимальный результат среди единичных измерений M в этом интервале:

$$X_{T_m} = \max\left(X_1 ... X_M\right) \quad (7)$$

где M – общее количество отобранных проб ВРЗ (фильтров АФА-ВП-20) за временной интервал T_m *(M=3)*.

13.5 За результат измерений (анализа), ассоциированного с временным интервалом T_0 и ПДК$_{мр}$, принимают максимальный результат измерений (анализа) по всем составляющим временным интервалам:

$$X_{T_{0,мр}} = \max\left(X_{T_1}, X_{T_2} ... X_{T_N}\right) \quad (8.1)$$

где N – общее количество составляющих временных интервалов, установленных во временном интервале T_0.

13.6 За результат измерений (анализа), ассоциированного с временным интервалом T_0 и ПДК$_{сс}$, принимают результат измерений (анализа) рассчитанный по формуле (8.2):

$$X_{T_{0,сс}} = \frac{X_{T_1} \cdot t_1 + X_{T_2} \cdot t_2 + ... + X_{T_N} \cdot t_N}{T_0} \quad (8.2)$$

где

$X_{T_1}, X_{T_2} ... X_{T_N}$ – результаты измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в ВРЗ за соответствующие составляющие временные интервалы, полученные как средние арифметические значения из трех отдельных результатов измерений на составляющем временном интервале (См. 11.1.4), мг/м^3;

t_1, t_2, ... t_N – продолжительность соответствующих составляющих временных интервалов, мин;

T_0 – продолжительность временного интервала T_0, мин;

N – общее количество составляющих временных интервалов, установленных во временном интервале T_0.

14 Оформление результатов измерений

14.1 Результаты измерений (анализа) оформляют в виде протокола измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в ВРЗ для специальной оценки условий труда.

14.2 Информация о составе данных, содержащихся в протоколе, представлена в Приложении В.

14.3 Результаты измерений, оформленные согласно п.14.1, удостоверяет лицо или лица, проводившие измерения от уполномоченной испытательной лаборатории (центра).

14.4 Результат измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в воздухе рабочей зоны (для целей специальной оценки труда) представляют в следующем виде.

14.4.1 Результат измерений (анализа), ассоциирован с временным интервалом T_0 и ПДК$_{мр}$:

$$X_{T_0,мр} \pm \Delta_{X_{T_0,мр}}, \mathrm{P} = 0,95 \qquad (9)$$

где

$X_{T_0,мр}$ – значение максимально разовой концентрации кремния диоксида кристаллического в ВРЗ за временной интервал T_0 согласно формулы (8.1), мг/м^3 ;

$\Delta_{X_{T_0,мр}}$ – характеристика погрешности значения $X_{T_0,мр}$ при вероятности Р=0,95, установленная по формуле (10) и округленная до двух значащих цифр, при этом вторая значащая цифра всегда округляется в большую сторону:

$$\Delta_{X_{T_0,мр}} = 0,01 \cdot \delta \cdot X_{T_0,мр}, \qquad (10)$$

где δ – значение характеристики относительной погрешности измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в воздухе рабочей зоны, приведенное в таблице Б.1, %.

Числовые значения результата измерений $X_{T_{0,мр}}$ оканчиваются цифрой того же разряда, что и значение $\Delta_{X_{T_{0,мр}}}$.

14.4.2 Результат измерений (анализа), ассоциирован с временным интервалом T_0 и ПДК$_{мр}$:

$$X_{T_{0,сс}} \pm \Delta_{X_{T_{0,сс}}}, \mathrm{P} = 0,95 \qquad (11)$$

где

$X_{T_{0,сс}}$ – значение максимально разовой концентрации кремния диоксида кристаллического в ВРЗ за временной интервал T_0 согласно формулы (8.2), мг/м^3 ;

$\Delta_{X_{T_{0,сс}}}$ – характеристика погрешности значения $X_{T_{0,сс}}$ при вероятности Р=0,95, установленная по формуле (12) и округленная до двух значащих цифр, при этом вторая значащая цифра всегда округляется в большую сторону:

$$\Delta_{X_{T_0,мр}} = \left(\frac{0,01 \cdot \delta}{3 \cdot T_0}\right) \cdot \sqrt{\sum_{n=1}^{N} t_n^2 \cdot (\mathrm{X}_{1,n}^2 + \mathrm{X}_{2,n}^2 + \mathrm{X}_{3,n}^2)}, \qquad (12)$$

где δ – значение характеристики относительной погрешности измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в воздухе рабочей зоны, приведенное в таблице Б.1, %;

t_n – продолжительность составляющего временного интервала с индексом n, мин;

T_0 – продолжительность временного интервала T_0, мин;

$X_{1,n}, X_{2,n}, X_{3,n}$ – три отдельных результата измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в ВРЗ за составляющий временной интервал с индексом n, мг/м^3;

N – общее количество составляющих временных интервалов, установленных во временном интервале T_0..

Числовые значения результата измерений $X_{T_{0,cc}}$ оканчиваются цифрой того же разряда, что и значение $\Delta_{X_{T_{0,cc}}}$.

15 Контроль точности (качества) результатов измерений

15.1 Контроль качества результатов измерений при реализации настоящей методики в лаборатории предусматривает:

– оперативный контроль процедуры измерений по аналитической стадии методики;

– контроль стабильности результатов измерений по аналитической стадии методики;

– контроль качества выполнения стадии отбора пробы ВРЗ.

15.2 Оперативный контроль процедуры измерений по аналитической стадии методики проводят на основе контроля погрешности аналитической стадии методики.

15.2.1 В качестве образцов для контроля (ОК) используют фильтры АФА-ВП-20, с нанесенными на них навесками смеси, содержащими кремний диоксид кристаллический по ГОСТ 9428 известной массы. При этом заданная масса кремния диоксида кристаллического на фильтре должна находиться в диапазоне измерений аналитической стадии методики.

15.2.2 Оперативный контроль осуществляют с использованием образцов для контроля (ОК), приготовленных по п.15.2.1.

Расхождение между результатом контрольного измерения массы кремния диоксида кристаллического в ОК и заданным значением массы кремния диоксида кристаллического в ОК не должно превышать норматив контроля (К):

$$\left|X_a - X_{ок}\right| \le K \quad , \tag{13}$$

где

X_a – результат контрольного измерения массы кремния диоксида кристаллического в ОК, мкг;

$X_{ок}$ – заданное по процедуре приготовления значение массы кремния диоксида кристаллического в ОК , мкг;

K – норматив контроля, мкг.

Норматив контроля вычисляют по формуле (14):

$$K = 0{,}01 \cdot \delta_{а,л} \cdot X_{ок} \quad , \tag{14}$$

где

$\delta_{а,л}$ – показатель точности аналитической стадии методики, установленный при реализации методики в конкретной лаборатории, %.

Значение $\delta_{а,л}$ (%) может быть приведено в «Протоколе установленных показателей качества результатов анализа при реализации методики измерений в лаборатории» (например, см. форму А.5. РМГ 76).

Если условие (13) выполняется, то процедура измерений по аналитической стадии считается удовлетворительной. При превышении норматива контроля, процедуру оперативного контроля повторяют.

При повторном превышении указанного норматива контроля, процесс измерений рабочих проб останавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

15.3 Порядок организации проведения оперативного контроля процедуры измерений по аналитической стадии методики, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов измерений по

аналитической стадии методики регламентируют во внутренних документах лаборатории.

15.4 Качество выполнения стадии отбора пробы ВРЗ обеспечивают путем поверки всех используемых на этой стадии СИ, проведения дополнительных проверок, предусмотренных эксплуатационной документацией на СИ, и периодического контроля за правильностью проведения отбора пробы ВРЗ.

15.5 Качество работы испытательной лаборатории (центра) при работе по методике измерений, изложенной в настоящем документе, обеспечивают регулярным участием в межлабораторных сличительных испытаниях, проводимых аккредитованными провайдерами [4].

Приложение А
(справочное)
Сведения о спектрофотометрах утвержденного типа

Регистрационный номер по [8]	Наименование СИ	Обозначение типа СИ
70026-17	Спектрофотометры	Cary 60 UV-Vis
67389-17	Спектрофотометры	V-730, V-750, V-760, V-770, V-780
66487-17	Спектрофотометры	PhotoLab
64436-16	Спектрофотометры	UV/VIS Excellence
64288-16	Спектрофотометры	Genesys
61373-15	Спектрофотометры	UV-1280, UV-3600 Plus
60305-15	Спектрофотометры	SPECORD 50 PLUS
60024-15	Спектрофотометры	Cary 8454 UV-Vis
57840-14	Спектрофотометры	Evolution 60S
57147-14	Спектрофотометры	Cary 100, Cary 300, Cary 4000, Cary 5000, Cary 6000i, Cary 7000
54737-13	Спектрофотометры	UNICO мод. 1201, 1205, 2100, 2800, 2802, 2802S, 2804, 2100 UV
53494-13	Спектрофотометры	СФ-102 и СФ-104
45156-10	Спектрофотометры	Specord 200 Plus, Specord 210 Plus, Specord 250 Plus
44866-10	Спектрофотометры	ПЭ-5300ВИ, ПЭ-5400ВИ, ПЭ-5300УФ, ПЭ-5400УФ
44864-10	Спектрофотометры прецизионные	Lambda 750, Lambda 950, Lambda 1050
19387-08	Спектрофотометры	UV
18212-11	Спектрофотометры	СФ-2000, СФ-2000-02
12862-91	Спектрофотометры	СФ-56

Приложение Б
(обязательное)
Метрологические характеристики методики измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического в воздухе рабочей зоны методом фотометрии

Т а б л и ц а Б. 1 – Диапазон измерений, значения показателей точности методики, стадии отбора пробы воздуха рабочей зоны и аналитической стадии[1]

Диапазон измерений		Показатель точности методики (границы относительной погрешности при вероятности Р=0,95), $\pm\delta$, %	Показатель точности стадии отбора пробы ВРЗ (границы относительной погрешности при вероятности Р=0,95), $\pm\delta_{оп}$, %	Показатель точности аналитической стадии (границы относительной погрешности при вероятности Р=0,95), $\pm\delta_{а}$, %
массовой концентрации кремния диоксида кристалли-ческого в ВРЗ, мг/м^3	массы кремния диоксида кристаллического, осажденного на фильтр АФА-ВП-20 при оборе пробы ВРЗ, мкг			
от 0,5 до 60,0 включ.	от 150 до 1800 включ.	23	10	21

Т а б л и ц а Б.2 – Диапазон измерений, значения составляющих характеристики погрешности аналитической стадии методики

Диапазон измерений массы кремния диоксида кристаллического, осажденного на фильтр АФА-ВП-20 при оборе пробы ВРЗ, мкг	Показатель повторяемости (относительное среднеквадрати-ческое отклонение повторяемости), $\sigma_{r,отн}$, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости[2]), $\sigma_{R,а,отн}$, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности Р = 0,95), $\pm\delta_{с,а}$, %
от 150 до 1800 включ.	7	10	6,5

[1]Методика условно разделена на две стадии – отбора пробы ВРЗ и аналитическую стадию.
[2]Значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости установлено на основе результатов межлабораторного эксперимента (L=2).

Приложение В

(рекомендуемое)

Перечень данных, содержащихся в протоколе измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического для специальной оценки условий труда

Наименование документа – Протокол измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического;
- полное наименование организации, проводящей специальную оценку условий труда, регистрационный номер записи в реестре организаций, проводящих специальную оценку условий труда, а также сведения об аккредитации в национальной системе аккредитации (номер аттестата аккредитации (при наличии);
- уникальный номер протокола (определяется организацией, проводящей специальную оценку условий труда), содержащийся на каждой странице протокола вместе с номером страницы протокола измерений;
- идентификация номера протокола на каждой странице, чтобы обеспечить признание страницы как части протокола измерений, и, кроме того, четкую идентификацию конца протокола измерений;
- полное наименование работодателя;
- адрес места нахождения и адрес(а) места осуществления деятельности работодателя;
- наименование структурного подразделения работодателя (при наличии);
- индивидуальный номер рабочего места, наименование должности, профессии или специальности работника (работников), занятого (занятых) на данном рабочем месте, в соответствии с наименованием этих должностей, профессий или специальностей, указанным в квалификационных справочниках, утверждаемых в установленном порядке;
- дата, время проведения обора проб ВРЗ;
- сведения о применяемых СИ (наименование СИ, вспомогательного устройства, заводской номер, срок действия и номер свидетельства о поверке, кем выдано свидетельство о поверке);
- диапазоны значений пределов измерений и погрешности применяемых СИ;
- значения параметров окружающей среды в соответствии с диапазонами рабочих условий эксплуатации применяемых СИ, указанных в руководствах по эксплуатации на СИ;
- фактические значения параметров окружающей среды: температура ВРЗ, относительная влажность ВРЗ, атмосферное давление;
- наименование документа, содержащего описание методики измерений – «Методика измерений массовой концентрации кремния диоксида кристаллического методом фотометрии для целей специальной оценки условий труда», свидетельство об аттестации № 222.0059/RA.RU.311866/2019,
сведения о регистрации в федеральном информационном фонде_____

- реквизиты нормативных правовых актов (вид нормативного правового акта, наименование органа его издавшего, название, дата и номер), регламентирующих предельно допустимые концентрации вредных веществ;
- места проведения измерений массовой концентраций кремния диоксида кристаллического с указанием номера интервала *m*, краткого описания источников на интервале, продолжительности интервала T_m в часах;
- результаты единичных измерений X_M, на интервале T_m , с указанием номера единичного измерения n = $1 \dots M$
- результаты измерений X_{T_m} для каждого составляющего временного интервала *m*;
- результат измерений X_{T_0} для временного интервала T_0;
- фактическое значение массовой концентрации кремния диоксида кристаллического;
- фамилии, имена, отчества (при наличии), должности специалистов организации, проводящей специальную оценку условий труда.

Приложение Г
(обязательное)
Приготовление аммония молибденовокислого перекристаллизованного

100,0 г аммония молибденовокислого, взвешенного с точностью до первого знака после запятой, растворяют при нагревании до 70-80 °С в 200 $см^3$ дистиллированной воды. К полученному раствору осторожно добавляют аммиак до появления явного его запаха. Горячий раствор фильтруют, используя вакуумный насос, через фильтр «синяя лента» в стакан вместимостью 600 $см^3$. Раствор охлаждают до 10 °С в кристаллизаторе, заполненном холодной водой со льдом, добавляют при интенсивном перемешивании 300 $см^3$ этилового спирта. Осадку дают отстояться в течение 1 часа. Выпавшие кристаллы отфильтровывают через воронку Бюхнера, пользуясь водоструйным или вакуумным насосом. Кристаллы промывают три раза этиловым спиртом, порциями по 20-30 $см^3$, после чего высушивают на воздухе.

Библиография

[1] Федеральный закон от 28.12.2013 г. № 426-ФЗ «О специальной оценке условий труда»

[2] Федеральный закон от 30.12.2001 г. № 197-ФЗ «Трудовой кодекс Российской Федерации»

[3] Приказ Минтруда России от 24.01.2014 г. № 33н «Об утверждении Методики проведения специальной оценки условий труда, Классификатора вредных и (или) опасных производственных факторов, формы отчета о проведении специальной оценки условий труда и инструкции по ее заполнению»

[4] Приказ Минэкономразвития России от 30.05.2014 г. № 326 «Об утверждении Критериев аккредитации, перечня документов, подтверждающих соответствие заявителя, аккредитованного лица критериям аккредитации, и перечня документов в области стандартизации, соблюдение требований которых заявителями, аккредитованными лицами обеспечивает их соответствие критериям аккредитации»

[5] Приказ Минздравсоцразвития России от 09.11.2011 г. № 1034н «Об утверждении Перечня измерений, относящихся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и производимых при выполнении работ по обеспечению безопасных условий и охраны труда, в том числе на опасных производственных объектах, и обязательных метрологических требований к ним, в том числе показателей точности»

[6] Приказ Минпромторга России от 02.07.2015 г. № 1815 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

[7] Приказ Минтруда России от 24.07.2013 г. №328н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

[8] gost.e-ecolog.ru
Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений, раздел «Утвержденные типы средств измерений»

[9] Приказ Минпромторга России от 15.12.2015 г. № 4091 «Об утверждении Порядка аттестации первичных референтных методик (методов) измерений, референтных методик (методов) измерений и методик (методов) измерений и их применения»

Лист регистрации изменений

Номер изменения	Номер раздела / листа	Дата внесения изменений	Подпись ответственного лица
П р и м е ч а н и е – Внесение изменений в документ, описывающий аттестованную методику измерений, должно проводиться согласно действующему порядку [9]			

gost.e-ecolog.ru