УТВЕРЖДАЮ

Генеральный директор

АО «КИОУТ»

А.В. Москвичев

«24» мая 2019 г.

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

МИ ХВ-45.01-2018

Москва
2018

gost.e-ecolog.ru

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Акционерным обществом «Клинский институт охраны и условий труда» (АО КИОУТ) «22» ноября 2018 г.

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

3 УТВЕРЖДЕНА «24» мая 2019 г. приказом Генерального директора АО КИОУТ № 015-ОД

СВИДЕТЕЛЬСТВО ОБ АТТЕСТАЦИИ от «24» мая 2019 г. № 222.0101/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 4

2. Нормативные ссылки 5

3. Термины и определения, сокращения 6

3.1 Термины и определения 6

3.2. Сокращения 8

4. Требования к показателям точности измерений 8

5. Требования к средствам измерений, вспомогательному оборудованию, материалам и реактивам 9

6 Метод измерений 12

7 Требования безопасности, охраны окружающей среды 13

8 Требования к квалификации операторов 14

9 Требования к условиям проведения измерений 15

10 Подготовка к выполнению измерений в лабораторном помещении 15

11 Подготовка к выполнению измерений на рабочем месте, подлежащем специальной оценки условий труда 19

12 Порядок выполнения измерений в лабораторном помещении 23

13 Обработка результатов измерений 24

14 Оформление результатов измерений 26

15 Контроль точности (качества) результатов измерений 27

Приложение А (рекомендуемое) Перечень данных, содержащихся в протоколе измерений массовой концентрации канифоли для специальной оценки условий труда 29

Приложение Б (обязательное) Метрологические характеристики методики измерений массовой концентрации канифоли в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом 31

Приложение В (справочное) Сведения о спектрофотометрах утвержденного типа 33

Библиография 34

1. Вводная часть

1.1. Назначение методики

1.1.1 Настоящий документ регламентирует методику измерений массовой концентрации канифоли в воздухе рабочей зоны методом фотометрии.

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

1.1.3 Результаты измерений массовой концентрации канифоли 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 канифоли в воздухе рабочей зоны по методике составляет от 2,0 до 42 мг/м^3. Значение предельно допустимой максимально разовой концентрации канифоли согласно [10] составляет 4 мг/м^3.

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:

---

[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

- наличие в воздухе рабочей зоны канифоли 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 427-75 «Линейки измерительные металлические. Технические условия».

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

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

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

ТУ 25-11-1081-75 «Поглотители».

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

Примечание – При пользовании настоящим документом целесообразно проверить действие ссылочных нормативных документов на официальном интернет ресурсе gost.e-ecolog.ru Если 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.

Примечание – 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** $К_{сс}$: 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** $К_{мр}$: 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 с учетом [3] можно классифицировать 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.

п-ДМА – п-диметиламинобензальдегид.

4. Требования к показателям точности измерений

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

4.2 Значения характеристики погрешности результатов измерений массовой концентрации канифоли в воздухе рабочей зоны за установленный временной интервал нормативной продолжительности T_m или T_0 устанавливают по формулам раздела 14.

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 и реактивам

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

5.1.1 Спектрофотометр со следующими метрологическими характеристиками: спектральный диапазон от 350 до 500 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 В.

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. 11.2.4) характеристику относительной погрешности объемного расхода воздуха (объема отобранного воздуха) не хуже ±5 %.

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 не 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 5.1.6.

5.1.8 Средство измерений напряжения в электрической сети (вольтметр) 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 или 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 Цилиндры мерные вместимостью 100 $см^3$, 2-ого класса точности по ГОСТ 1770.

5.1.11 Колбы мерные вместимостью 50 $см^3$, 2-ого класса точности по ГОСТ 1770.

5.1.12 Пипетки градуированные вместимостью 1, 5 $см^3$, 2-ого класса точности по ГОСТ 29227.

5.1.13 Микродозатор или несколько микродозаторов механических переменного (постоянного) объема, позволяющие дозировать жидкости согласно требованиям настоящего документа с допускаемым относительным отклонением среднего объема дозы от номинального не хуже ±2 %.

Примечание – Значения дозируемого объема по настоящему документу находятся в диапазоне от 30 до 5000 $мм^3$ (мкл), однако большие значения объема также могут быть дозированы с помощью пипеток по 5.1.12.

5.1.14 Пробирки градуированные, номинальной вместимостью 15 $см^3$ с ценой деления 0,1 $см^3$ с пришлифованными пробками по ГОСТ 1770.

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 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 и реактивы:

5.5.1 Стаканчик для взвешивания (бюкс) СВ-14/8 по ГОСТ 25336.

5.5.2 Стакан Н-1-50 ХС (ТХС) и (или) Н-1-150 ХС (ТХС) по ГОСТ 25336.

5.5.3 Трубки силиконовые по ТУ 9398-003-001521106.

5.5.4 Мешалки (палочки стеклянные) по ТУ 92-891.004.

5.5.5 Поглотители с фильтрованной (пористой) пластиной ПОР 160 по ТУ 25-11-1081.

5.5.6 Канифоль промышленного производства.

Примечание – В связи с тем, что канифоль является химическим продуктом со сложным химическим составом для цели проведения измерений по настоящей методики следует отобрать (5-50) г канифоли, фактически используемой на рабочем месте применительно к которому проводится специальная оценка условий труда.

5.5.7 Кислота серная по ГОСТ 4204, квалификация х.ч.

5.5.8 4-Диметиламинобензальдегид (п-ДМА, номер по CAS 100-10-7), ч.д.а.

5.5.9 Спирт этиловый технический гидролизный ректификованный, класс «высший» по ГОСТ Р 55878.

5.6 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 канифоли в воздухе рабочей зоны выполняют методом фотометрии (фотометрическим методом).

Канифоль взаимодействует с п-ДМА с образованием окрашенного продукта реакции конденсации.

Проводят фотометрическое измерение оптической плотности раствора окрашенного продукта при длине волны 445 нм. Массу канифоли в анализируемом растворе определяют по заранее установленной градуировочной характеристике спектрофотометра.

Отбор аэрозоля канифоли, находящегося в ВРЗ, проводится концентрированием в поглотительный раствор, состоящий из этанола.

6.2 Основные сведения о вредном веществе «канифоль»

- Брутто-формула: $C_{20}H_{30}O_2$
- Молярная масса: 302 г/моль
- Прозрачная стекловидная масса или кристаллический порошок светло-желтого или красно-коричневого цвета, состоит из смоляных кислот с примесью жирных кислот и нейтральных веществ.
- Плотность 1,834 г/см^3
- $T_{размягчения}$ (70-80) °С
- В воздухе находится в виде аэрозоля и (или) паров.
- Хорошо растворима в спирте, бензоле, четыреххлористом углероде, эфире.
- Согласно [3] относится к умеренно опасным аллергенам.
- $ПДК_{мр}$ канифоли в воздухе рабочей зоны в соответствии с [10] составляет 4 мг/м^3.

7 Требования безопасности, охраны окружающей среды

При выполнении измерений массовой концентрации канифоли 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 ГОСТ 12.1.005.

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 серную кислоту, 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. Приготовление растворов

10.2.1 Приготовление спиртового раствора канифоли с массовой концентрацией 10,0 мг/см^3

0,500 г канифоли взвешивают на аналитических весах, переносят в мерную колбу на 50 см^3, доводят до метки этиловым спиртом при комнатной температуре. Используют свежеприготовленный раствор или сохраненный в закрытой емкости для растворов, в холодильнике не более 3 суток.

10.2.2 Приготовление спиртового раствора канифоли с массовой концентрацией 1,00 мг/см^3

Переносят 5 $см^3$ раствора канифоли, приготовленного по 10.2.1, в мерную колбу на 50 $см^3$, доводят до метки этиловым спиртом при комнатной температуре. Используют свежеприготовленный раствор.

10.2.3 Приготовление спиртового раствора п-ДМА с массовой долей 1 %

Раствор готовят гравиметрическим методом на аналитических весах. Взвешивают 0,20 (0,30; 0,40) г реактива п-ДМА в стакане, постепенно добавляют в стакан этиловый спирт до достижения конечной массы содержимого в стакане 20 (30; 40) г. При необходимости, перемешивают реактив для ускорения растворения стеклянной палочкой. Используют свежеприготовленный раствор или сохраненный в закрытой емкости для растворов, в холодильнике не более 3 суток.

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

Готовят две или более однотипных шкалы градуировочных растворов. Каждая шкала готовится следующим образом. В градуированные пробирки вместимостью 10 или 15 $см^3$ с помощью микродозатора (или градуированных пипеток) последовательно вводят аликвотные части раствора канифоли, приготовленного по 10.2.2, в соответствии с таблицей 1; вводят этиловый спирт до объема 1,0 $см^3$; вводят 0,3 $см^3$ однопроцентного раствора п-ДМА; вводят 2,5 $см^3$ серной кислоты концентрированной; закрывают пробками и содержимое пробирок перемешивают, оставляют примерно на 20 минут для развития реакции конденсации, при этом исключают попадание прямого солнечного света.

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

Наименование градуировочного раствора	Объем аликвоты раствора канифоли, приготовленного по 10.2.2		Объем этилового спирта, $см^3$		Объем 1%-ого раствора п-ДМА, $см^3$ (мкл)	Объем серной кислоты, $см^3$ (мкл)	Масса канифоли в градуировочном растворе, мкг
	$см^3$ пипетка	$мм^3$ (мкл) микродозатор		$см^3$ пипетка			
«нулевой»	0	0	1000	1,00	0,3 (300)	2,5 (2500)	0
«30 мкг»	---	30	970	0,97			30
«50 мкг»	---	50	950	0,95			50
«100 мкг»	---	100	900	0,90			100
«200 мкг»	---	200	800	0,80			200
«300 мкг»	0,30	300	700	0,70			300
«500 мкг» или «400 мкг»	0,50	500	500	0,50			500
	0,40	400	600	0,60			400
П р и м е ч а н и е – Раствор «400 мкг» вместо «500 мкг» необходимо готовить в случае использования лабораторией спектрофотометра, не способного с приемлемой точностью измерять высокие значения оптической плотности: 2,0 Б или более							

Перед проведением фотометрических измерений содержимое пробирок следует тщательно перемешать до момента заполнения кюветы спектрофотометра. Градуировочные растворы используют свежеприготовленными.

10.3 Установление градуировочной характеристики спектрофотометра

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности градуировочного образца от массы канифоли в градуировочном образце, устанавливают по двум или более сериям градуировочных растворов.

Измерение оптической плотности образцов проводят при длине волны 445 нм в кюветах с длиной оптического слоя 10 мм, относительно раствора сравнения («нулевого раствора»). Измерения проводят в порядке возрастания массы канифоли в градуировочном растворе.

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

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

где

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

Проверку линейности градуировочной характеристики спектрофотометра проводят согласно действующему нормативному документу, регламентирующего установление градуировочных характеристик средств измерений.

Градуировочная характеристика не обладает долгосрочной стабильностью, поэтому ее устанавливают на короткий интервал не превышающей пяти рабочих дней. При этом следует иметь ввиду, что в виду непостоянного и сложного химического состава канифоли должен быть обеспечен принцип «постоянства канифоли»: градуировочная характеристика, построенная на конкретной канифоли, должна быть использована для измерений проб ВРЗ, полученных с места использования этой канифоли.

На рисунке 1 приведен пример установленной градуировочной характеристики: по вертикальной оси значение оптической плотности, по горизонтальное значение массы канифоли в градуировочном растворе в мкг.

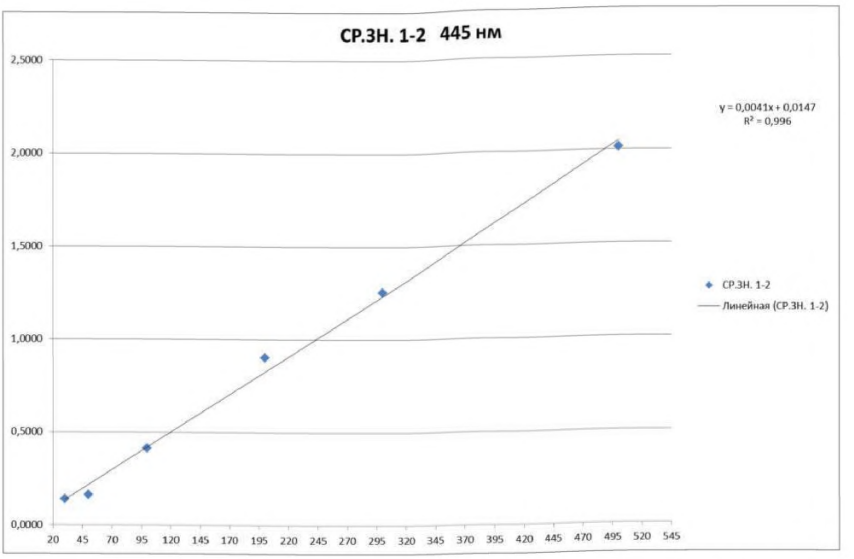

Рисунок 1 – Пример установленной градуировочной характеристики для спектрофотометра Mettler Toledo UV5Bio

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

11.1 Составление плана измерений

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

11.1.2 При проведении специальной оценки условий труда для оценивания массовой концентрации канифоли за временной интервал T_0 (нормативная продолжительность рабочей смены или рабочего дня), в зависимости от характера рабочего места, режимов работы, установленных источников поступления канифоли в ВРЗ, определяют временные интервалы T_m . Рекомендуемая продолжительность составляющего временного интервала не менее 15 минут.

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

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 не менее трех $M \geq 3$.

Примечание – Для составляющего временного интервала продолжительностью не более 15 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 канифоли, 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 метереологических параметров ВРЗ записывают.

11.2.4 Подготавливают аспиратор к работе в соответствии эксплуатационной документацией. Выбирают объемный расход ВРЗ (скорость аспирации) в диапазоне (10-20) $дм^3$/мин. Выбор значения 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 ±5 %. При этом, особое внимание следует уделять аспиратором с пределами допускаемой приведенной погрешности (обычно, ±5 %), которая нормируется к верхнему пределу измерений объемного расхода у аспиратора: необходимо выбрать у аспиратора тот канал, у которого максимальное значение объемного расхода воздуха равно требуемой скорости аспирации ВРЗ.

11.2.5 С помощью пипетки или микродозатора вносят в поглотитель с фильтровальной (пористой) пластиной 5,0 $см^3$ этилового спирта. Последовательно соединяют два заполненных поглотителя с помощью силиконовых трубок, подсоединяют к аспиратору, и устанавливают в точку измерений. Для каждого отбора пробы ВРЗ используют два последовательно соединенных «чистых» поглотителя, заполненных этиловым спиртом.

Рекомендуется заполнять поглотители в помещении при температуре от 15 °С до 25 °С.

11.2.6 В случае, если имеется априорная информация о том, что канифоль в ВРЗ присутствует только в виде аэрозоля (мелкодисперсные твердые частицы), возможно для отбора проб ВРЗ использовать один поглотитель с фильтровальной (пористой) пластиной, содержащий 5,0 $см^3$ этилового спирта.

11.2.7 Отбирают пробу(-ы) ВРЗ объемом от 150 до 300 $дм^3$ за временной интервал 15 минут – воздух ВРЗ требуемого объема аспирируют через поглотители. Требуемый объем пробы ВРЗ определяют на основе априорных сведений о предполагаемом содержании канифоли в ВРЗ, больший объем, отобранный пробы ВРЗ, необходим для измерения меньшей массовой концентрации канифоли в ВРЗ. В случае, если априорные сведения отсутствует, то рекомендуется предусмотреть параллельный обор пробы ВРЗ в одной точке измерений с использованием двухканального или многоканального аспиратора. При этом, например, отобранные пробы ВРЗ объемом 300 $дм^3$ и 150 $дм^3$ позволяют соответственно провести измерения массовой концентрации канифоли в ВРЗ во всем диапазоне измерений по методике с учетом дальнейшего аликвотирования.

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

11.2.9 После отбора пробы ВРЗ поглотители герметизируют во избежание потери спирта с помощью заглушок. Наносят на поглотители идентификационные метки: бирки, надписи или др. Поглотители транспортируют в лабораторию в вертикальном виде во избежание утечки поглотительного раствора. Срок хранения полученной пробы ВРЗ составляет не более 24 часов.

12 Порядок выполнения измерений в лабораторном помещении

В случае использования одного поглотителя, описанном в 11.2.6, при выполнении измерений руководствуются информацией, выделенной *курсивом*.

12.1 Выдерживают пару поглотителей *(один поглотитель)* в лабораторном помещении до достижения комнатной температуры. Содержимое обоих поглотителей *(одного поглотителя)*, сливают в пробирку и фиксируют значения объема $V_{пог.}$, $см^3$, который не может превышать 10 $см^3$ *(5 $см^3$)*. Вносят в первый (по ходу движения воздушного потока) поглотитель с помощью пипетки или микродозатора 2 $см^3$ *(1 $см^3$)* этилового спирта, тщательно промывают поглотитель, выливают промывку в пробирку и фиксируют значения объема $V_{р\text{-}ра}$, $см^3$, который не может превышать 12 $см^3$ *(6 $см^3$)*. Закрывают пробирку пробкой и содержимое пробирки перемешивают.

12.2 Отбирают микродозатором или пипеткой аликвоту 0,6 $см^3$ *(0,3 $см^3$)* поглотительного раствора, находящегося в пробирке. Переносят аликвоту в чистую пробирку.

12.3 Последовательно вносят в пробирку с помощью микродозатора или пипетки: этиловый спирт 0,4 $см^3$; 0,3 $см^3$ однопроцентного раствора п-ДМА; 2,5 $см^3$ серной кислоты концентрированной. Закрывают пробирку пробкой и содержимое пробирок перемешивают, оставляют примерно на 20 минут для развития реакции конденсации, при этом исключают попадание прямого солнечного света. В пробирке находится раствор аналитической пробы.

12.4 Одновременно готовят раствор сравнения («холостой опыт»), так как описано приготовление «нулевого раствора» в 10.2.4. Если градуировочная характеристика установлена в день проведения измерений, то сразу используют «нулевой раствор» в качестве раствора сравнения при рабочем измерении.

12.5 Измеряют оптическую плотность раствора аналитической пробы при длине волны 445 нм в кювете с длиной оптического слоя 10 мм, относительно раствора сравнения. Перед проведением фотометрических измерений содержимое пробирок следует тщательно перемешать до момента заполнения кюветы спектрофотометра.

12.6 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 канифоли, содержащейся (*в одном поглотителе)* в двух последовательно соединенных поглотителях (в отобранной пробе ВРЗ), (X_a, мкг) находят по формуле (2):

$$X_a = \frac{m \cdot V_{р-ра}}{V_a}, \qquad (2)$$

где

m – масса канифоли, найденная в аналитической пробе по градуировочной характеристике, мкг;

$V_{р-ра}$ – общий объем раствора, полученного по 12.1, см^3 (не более 12 см^3 *(6 см^3)*);

V_a – аликвотная часть раствора, полученного по 12.1, взятая для приготовления аналитической пробы, см^3 (0,6 см^3 *(0,3 см^3)*).

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

$$X = \frac{X_a}{V_{20}}, \qquad (3)$$

где

X_a – масса канифоли, рассчитанная по формуле (2), мкг;

V_{20} – объем аспирированной пробы ВРЗ, приведенный к стандартным условиям по формуле (4), дм^3.

13.3 Приведение объёма аспирированной пробы ВРЗ зоны к стандартным условиям, то есть температуре 20 °С и давлению 101,33 кПа, проводят по формуле (4):

$$V_{20} = V_t \cdot \frac{(273+20)\cdot P}{(273+t)\cdot 101{,}33} \qquad (4)$$

где

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

P – атмосферное давление в месте отборе пробы, кПа;

t – температура ВРЗ месте отбора пробы, °С.

Примечание – Значения P и t являются средними арифметическими значениями, полученными из результатов в начале и конце отбора пробы (См. 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:

$$X_{T_m} = \max\left(X_1 ... X_M\right) \qquad (5)$$

где M – общее количество отобранных проб ВРЗ за временной интервал T_m *(M≥3)*.

13.5 В связи с тем, что для канифоли нормируется только ПДК$_{мр}$ за результат измерений (анализа), ассоциированного с временным интервалом T_0 , принимают максимальный результат измерений (анализа) по всем составляющим временным интервалам:

$$X_{T_0} = \max\left(X_{T_1}, X_{T_2} ... X_{T_N}\right) \qquad (6)$$

где 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 канифоли для специальной оценки условий труда.

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

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

14.4 Результат измерений массовой концентрации канифоли в воздухе рабочей зоны (для целей специальной оценки труда представляют в виде):

$$X_{T_0} \pm \Delta_{X_{T_0}}, \mathrm{P} = 0,95$$

где

X_{T_0} – значение максимально разовой концентрации канифоли в ВРЗ за временной интервал T_0 согласно формулы (6), мг/м^3;

$\Delta_{X_{T_0}}$ – характеристика погрешности значения X_{T_0} при вероятности P=0,95, установленная по формуле (7) и округленная до двух значащих цифр, при этом вторая значащая цифра всегда округляется в большую сторону:

$$\Delta_{X_{T_0}} = 0,01 \cdot \delta \cdot X_{T_0}, \quad (7)$$

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

Числовые значения результата измерений X_{T_0} оканчиваются цифрой того же разряда, что и значение $\Delta_{X_{T_0}}$.

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 образца для контроля (ОК) используют пару поглотителей, содержащие поглотительный раствор, с внесенными в них аликвотами раствора канифоли с массовой концентрацией канифоли, приготовленного по 10.2.2 или 10.2.1. При этом заданная масса канифоли в поглотителе должна находиться в диапазоне измерений аналитической стадии методики. В первый поглотитель «вносят» большую часть массы канифоли.

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

Расхождение между результатом контрольного измерения массы канифоли в ОК и заданным значением массы канифоли в ОК не должно превышать норматив контроля:

$$\left|X_a - X_{ок}\right| \le K \ , \qquad (8)$$

где

X_a – результат контрольного измерения массы канифоли в ОК, мкг;

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

K – норматив контроля, мкг.

Норматив контроля вычисляют по формуле (9):

$$K = 0{,}01 \cdot \delta_{а,л} \cdot X_{ок} \ , \qquad (9)$$

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 (8) выполняется, то процедура измерений аналитической стадии считается удовлетворительной. При превышении норматива контроля, оперативный контроль повторяют.

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

15.3 Порядок организации и 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 аккредитованным провайдером [4], обеспечивающим метрологическую прослеживаемость приписанных значений образцов для проверки квалификации.

Приложение А
(рекомендуемое)
Перечень данных, содержащихся в протоколе измерений массовой концентрации канифоли для специальной оценки условий труда

- наименование документа – Протокол измерений массовой концентрации канифоли;
- 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 канифоли методом фотометрии для целей специальной оценки условий труда», свидетельство об аттестации № 222.0101/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 (далее – ПДК);

- места проведения измерений массовой концентраций канифоли 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 канифоли относительно установленных ПДК с указанием степени его отклонения от нормативного значения;
- фамилии, имена, отчества (при наличии), должности специалистов организации, проводящей специальную оценку условий труда, проводивших измерения массовой концентрации канифоли в ВРЗ .

Приложение Б
(обязательное)

Метрологические характеристики методики измерений массовой концентрации канифоли 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 (ВРЗ) и аналитической стадии[2]

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), $\pm\delta_{on}$, %	Показатель точности аналитической стадии (границы относительной погрешности при вероятности Р=0,95), $\pm\delta_{a}$, %
массовой концентрации канифоли в ВРЗ, мг/м^3	массы канифоли, осажденной в поглотителях, при отборе пробы ВРЗ объемом, определенным методикой, мкг			
от 2,0 до 42 включ.	от 600 до 6300 включ.	25	10	23

[2]Методика условно разделена на две стадии – отбора пробы ВРЗ и аналитическую стадию.

[3]Значение среднеквадратического отклонения воспроизводимости установлено на основе результатов межлабораторного эксперимента (L=2).

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

Диапазон измерений массы канифоли, осажденной в поглотителях, при отборе пробы ВРЗ объемом, определенным методикой, мкг	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) $\sigma_{r,отн}$, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости[2]), $\sigma_{R,a,отн}$, %	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности P = 0,95), $\pm\delta_{c,a}$, %
от 600 до 6300 включ.	9	11	8

Приложение В
(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 4450, 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-5445ВИ, ПЭ-5300УФ, ПЭ-5445УФ
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

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»

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

[11] Осина С.А. Способ определения канифоли в воздухе. – Гигиена труда и профзаболеваний, 1975, № 7, с.55-57

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