Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.2692—4.1.2700—10

Выпуск 52

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны. Вып. 52: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—112 с.

1. Методические указания подготовлены коллективом авторов Научно-исследовательского института медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Н. С. Горячев, Е. М. Малинина, Е .Н. Грицун, Н. М. Данилова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 10 июня 2010 г. № 1).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 2 августа 2010 г.

4. Введены в действие с 1 октября 2010 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 12.01.11

Формат 60x88/16 Печ. л. 7,5

Тираж 200 экз. Заказ 3

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2011
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011

Содержание

Введение 4
Измерение массовых концентрации 3-[3-(4-бром-1,1-бифенил-4-ил)3-гидрокси-1-фенилпропил]--4-гидрокси-2Н-1-бензопиран-2-он (бромадиолон) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2692—10 5
Измерение массовых концентраций 3-[3-(4-бром-1,1-бифенил-4-ил)-1,2,3,4-тетрагидро-1-нафтал енил]--4-гидрокси-2Н-1-бензопиран-2-он (бродифакум) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2693—10 17
Измерение массовых концентраций 2,3-дидегидро-3-деокситимидина (ставудин) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2694—10 28
Катализатора изомеризации лёгких бензиновых фракций СИ-2 (по диоксиду циркония) в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом: МУК 4.1.2695—10 40
Измерение массовых концентрации пиретрума натурального очищенного концентрата (пиретрум) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2696—10 53
Измерение массовых концентраций 1,3,5,7-тетраазатрицикло-[3.3.1.1]декана (гексаметилентетрамина, уротропина) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2697—10 68
Измерение массовых концентраций 1,3-тиазол-5-илметил N-[(2S,3S,5S)-3-гидрокси-5[[(2R)-3-метил-2[[метил-[(2-пропан-2-ил-1,3-тиазол-4-ил)метил]карбамоил]амино] бутаноил]амино]-1,6-дифенилгексан-2-ил]карбамата (ритонавир) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2698—10 79
Измерение массовых концентраций 1-этоксипропан-2-ола (ЭП, этилпрокситол) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2699—10 89
Измерение массовых концентраций эндо-(±)-α-(гидроксиметил)бензолуксуснойкислоты8-метил-8-забицикло[3.2.1] окт-3-илового эфира, сульфата (2 : 1) (атропина сульфат) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2700—10 100
Приложение 1. Приведение объёма воздуха к стандартным условиям 112
Приложение 2. Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям 112
Приложение 3. Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ 113
Приложение 4. Вещества, определяемые по ранее утверждённым «Методическим указаниям по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» 112

Введение

Сборник Методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 52) разработан с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочным безопасным уровням воздействия (ОБУВ) и является обязательным при осуществлении санитарного контроля.

Включенные в данный сборник методические указания по контролю вредных веществ в воздухе рабочей зоны разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.016-79 «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ» с изм. № 1, ГОСТ 12.1.005—88 ССБТ «Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны», ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений» с изм. №1 и № 2, ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Методики выполнены с использованием современных методов исследования, метрологически аттестованы и дают возможность контролировать концентрации химических веществ на уровне и ниже их ПДК и ОБУВ в воздухе рабочей зоны, установленных в гигиенических нормативах ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и ГН 2.2.5.2308—07 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и дополнениях к ним.

Методические указания по измерению массовых концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для лабораторий «ФГУЗ ЦГ и Э», санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов и других заинтересованных министерств и ведомств.

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
2 августа 2010 г.
Дата введения: 1 октября 2010 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций эндо-(±)-α-(гидроксиметил)бензолуксуснойкислоты8-метил-8-забицикло[3.2.1] окт-3-илового эфира, сульфата (2 : 1) (атропина сульфат) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ)

Методические указания
МУК 4.1.2700—10

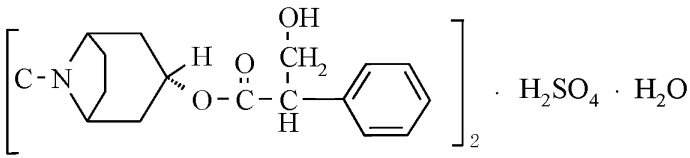
1. Общие положения

Настоящие методические указания устанавливают метод количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем атропина сульфата методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в диапазоне массовой концентрации от 0,001 до 0,02 мг/м^3. Погрешность измерений соответствует характеристикам, приведенным в табл. 1.

Методика аттестована в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563-96 (с изменениями № 1, 2), ГОСТ Р ИСО 5725-2002. Свидетельство о государственной метрологической аттестации выдано ФГУП Всероссийским научно-исследовательским институтом метрологической службы Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии № 84-08.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула: $[C_{17}H_{23}NO_3]2 \cdot H_2SO_4 \cdot H_2O$

2.3. Молекулярная масса: 694,8

2.4. Регистрационный номер CAS: 5908-99-6

2.5. Физико-химические свойства

Атропин сульфат – белый кристаллический или зернистый порошок, без запаха, с температурой плавления (188—194) °С, легко растворим в воде и спирте этиловом 96 %, практически нерастворим в хлороформе и эфире.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика

Атропин сульфат опасен при попадании на кожу и слизистые оболочки, обладает выраженной кумулятивной активностью.

В связи с высокой биологической активностью и небольшим объемом производства ПДК на атропин сульфат не устанавливается, в перечень ПДК вносится пометка «++». При работе с атропином должен быть исключен контакт с органами дыхания и кожей при обязательном контроле воздуха рабочей зоны на уровне чувствительности не менее 0,001 мг/м^3.

3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

При соблюдении всех регламентных условий и проведении анализа в точном соответствии с прописью методика обеспечивает выполнение измерений массовых концентраций атропина сульфата с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, представленных в табл. 1 (при доверительной вероятности P = 0,95).

Таблица

Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Диапазон измерений массовой концентрации атропина сульфата, мг/м^3	Показатель точности (границы относительной погрешности) ± δ, % при P = 0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, %, P = 0,95, n = 2	Критическая разность для результатов анализа, полученных в двух лабораториях, $CD_{0,95}$, ($n_1 = n_2 = 2$)
От 0,0010 до 0,010 вкл.	25	8	12	22	37
Св. 0,010 до 0,020 вкл.	14	4	6	11	18

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации атропина сульфата выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с УФ-детектированием.

Измерение проводят при длине волны 210 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр АФА-ВП-10.

Нижний предел измерения содержания атропина сульфата в анализируемом объеме раствора пробы – 0,02 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации атропина сульфата в воздухе 0,001 мг/м^3 (при отборе 300 дм^3 воздуха).

Метод специфичен в условиях приготовления препаративных форм на основе атропина сульфата. Измерению не мешают сопутствующие вещества: мальтодекстрин, магния стеарат, крахмал, аэросил, гидрофосфат кальция, гидроксипропилметилцеллюлоза.

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

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы.

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Хроматограф жидкостный фирмы «Hewlett-Packard», модель HP-1050 с градиентной

системой элюирования, автосэмплером и УФ-детектором 190—400 нм типа «диодная матрица»	
Колонка аналитическая, заполненная обращенно-фазовым сорбентом Диасорб 110 $С_{18}$, 5 мкм, (250 х 6) мм	
Аспирационное устройство ПУ 4Э ЗАО «Химко»	№ 14531-03 в Государственном реестре средств измерений
Весы лабораторные общего назначения модели ВЛА-200 с наибольшим пределом взвешивания 200 г	ГОСТ 24104—2001
Колбы мерные, 2-25-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770—74
Пипетки градуированные, 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10	ГОСТ 29227—91
Цилиндры мерные, 3-100	ГОСТ 1770—74
Пробирки мерные с притертыми пробками П-2-10-0,1ХС	ГОСТ 1770—74
Секундомер	ГОСТ 5072—79
Ротационный испаритель ИР-1М с набором колб	ТУ 25-11-917—76
Мембранный фильтр с диаметром пор 0,2—0,45 мкм	
Фильтродержатель,	ТУ 95-72-05—77
Фильтры АФА-ВП-10	ТУ 95-1892—89
Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента»	ТУ 6-09-1678—77
Бюксы стеклянные СВ 19/9, СВ 24/10	ГОСТ 25336—82
Палочки стеклянные	ГОСТ 25336—82
Воронки химические, В-30-50 ХС	ГОСТ 25336—82
Предколонка «Phenomenex» С18, 5 мкм, (3 х 4) мм, США	
Иономер лабораторный типа рН-121 с пределом рН от – 1 до +19 ед.	ГОСТ 22261—76
Микрошприц фирмы «Hamilton», вместимостью 50 $мм^3$	

5.2. Реактивы, растворы

Атропин сульфат с содержанием основного вещества не менее 99,0 %	ФС 42-2615—89

Ацетонитрил, квалификации осч (для ВЭЖХ UV 200 нм)	ТУ 6-09-14-2167—84
О-фосфорная кислота, квалификации хч, 85 % раствор	ГОСТ 6552—80
Спирт этиловый, ректификат, 96 %	ГОСТ Р 51723—2001
Дистиллированная вода	ГОСТ 6709—72

Состав элюента: ацетонитрил: водный раствор о-фосфорной кислоты (pH = 2,3 0,1 % раствор) = (25 : 75) по объему.

Примечание. Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже приведенных в данном разделе.

6. Требования безопасности

6.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007—76, ГОСТ 12.1.005—88.

6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ должны соблюдаться требования противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91. Должны быть в наличии средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90. Необходимо провести обучение работающих правилам безопасности труда согласно ГОСТ 12.0.004—90.

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

6.4. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и ГН 2.2.5.2308—07.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, имеющие высшее или специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедшие обучение и владеющие техникой хроматографического анализа, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы контроля при проведении процедур погрешности анализа.

8. Условия выполнения измерений

8.1. Процессы приготовления растворов и подготовку проб к анализу проводят в стандартных условиях при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении 84—106 кПа и относительной влажности воздуха не более 80 %.

8.2. Выполнение измерений на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовка посуды, приготовление растворов, подготовка жидкостного хроматографа, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Подготовка посуды

Стеклянную посуду ополаскивают ацетоном для удаления органических примесей, несколько раз промывают водопроводной водой, заливают хромовой смесью и выдерживают один час. После этого посуду извлекают их хромовой смеси, ополаскивают несколько раз водопроводной, а затем дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу. Чистую посуду для анализа хранят в закрытом виде.

9.2. Приготовление растворов

9.2.1. Приготовление основного стандартного раствора атропина сульфата с массовой концентрацией 1000 мкг/см^3.

Навеску (0,0250 ± 0,0001) г атропина сульфата растворяют в спирте этиловом 96 % в мерной колбе вместимостью 25 см^3. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.2.2. Приготовление рабочего стандартного раствора атропина сульфата № 1 с массовой концентрацией 100 мкг/см^3.

Отбирают 2,5 см^3 основного стандартного раствора атропина сульфата пипеткой вместимостью 5 см^3, помещают в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и доводят объем до метки спиртом этиловым 96 %. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.2.3. Приготовление элюента

В мерную колбу вместимостью 1000 см^3 вносят 750 см^3 дистиллированной воды и по каплям (примерно 0,5—0,7 см^3) добавляют раствор о-фосфорной кислоты с массовой долей 85 % до pH = 2,3 (pH устанавливается с помощью иономера). Объем раствора доводят до метки аце-

тонитрилом. Раствор дегазируют и фильтруют через мембранный фильтр с размером пор 0,2—0,45 мкм.

Элюент хранят в герметичной стеклянной посуде в холодильнике в течение месяца.

9.3. Подготовка прибора

Подготовку жидкостного хроматографа проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пиков (приборные единицы) от содержания атропина сульфата в хроматографируемом объеме градуировочных растворов, устанавливают по методу абсолютной калибровки по шести сериям растворов. Каждую серию, состоящую из шести градуировочных растворов и холостой пробы, готовят в мерных колбах вместимостью 25 $см^3$. Для этого в соответствии с табл. № 2 в каждую колбу вносят соответствующий объем рабочего стандартного раствора атропина сульфата № 1 с массовой концентрацией 100 мкг/$см^3$ и доводят объем раствора до метки спиртом этиловым 96 %.

При приготовлении градуировочных растворов используют пипетки вместимостью 1; 2 и 5 $см^3$.

Градуировочные растворы устойчивы в течение трёх суток.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении атропина сульфата

№ градуировочного раствора	Объем рабочего стандартного раствора атропина сульфата № 1 с массовой концентрацией 100 мкг/$см^3$, $см^3$	Объем спирта этилового 96 %, $см^3$	Массовая концентрация атропина сульфата в градуировочном растворе, мкг/$см^3$	Содержание атропина сульфата в хроматографируемом объеме градуировочных растворов, мкг
1	0,0	25,0	0,0	0,0
2	0,25	24,75	1,0	0,02
3	0,5	24,5	2,0	0,04
4	0,75	24,25	3,0	0,06
5	1,25	23,75	5,0	0,1
6	2,5	22,5	10,0	0,2
7	5,0	20,0	20,0	0,4

Инжектируют в хроматограф по 0,02 $см^3$ каждого из градуировочных растворов.

По полученным данным строят градуировочную характеристику зависимости площади пика (усл.ед. · с) от содержания атропина сульфата в хроматографируемом объёме (мкг).

9.5. Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб

Состав элюента:

Ацетонитрил: водный раствор о-фосфорной кислоты (pH = 2,3), 25 : 75 (по объему)

Скорость подачи элюента	0,8 $см^3$/мин
Длина волны детектора	210 нм
Объем вводимой пробы	0,02 $см^3$
Время удерживания атропина сульфата	7 мин 12 сек.

За время удерживания атропина сульфата принимают время удерживания его пика, полученное при анализе основного раствора атропина сульфата, с допускаемым отклонением ± 5 %.

9.6. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже 1 раза в три месяца, а также при смене реактивов или изменении условий анализа. Один раз в год градуировочную характеристику устанавливают заново.

Для контроля стабильности используют вновь приготовленные градуировочные растворы с массовой концентрацией атропина сульфата в начале, середине и в конце измерений и анализируют в точном соответствии с прописью методики.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для каждого контрольного образца выполняется условие:

$$\frac{\left|S_{изм} - S_{гр}\right|}{S_{гр}} \cdot 100 \le K_{гр}, \text{ где}$$

$S_{изм}$, $S_{гр}$ – значение площади пика (приборные единицы) атропина сульфата в образце для контроля, измеренное и найденное по градуировочной характеристике соответственно;

$K_{гр}$ – норматив контроля, $K_{гр} = 0{,}5 \cdot \delta$, где

$\pm\,\delta$ – границы относительной погрешности, % (табл. 1).

Если условие стабильности не выполняется только для одного образца, то выполняют повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую ошибку.

Если градуировочная характеристика не стабильна, выясняют причины нестабильности и повторяют контроль стабильности с использованием других образцов для градуировочной характеристики, предусмотренной методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики её устанавливают заново.

9.7. Отбор проб воздуха

Отбор проб проводят с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и Руководства Р.2.2.2006—05 (прилож. 9) «Общие методические требования к организации и проведения контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны», раздел 2. Контроль соответствия максимальным ПДК.

Воздух с объемным расходом 20 $дм^3$ /мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10.

Для измерений содержания атропина сульфата на уровне 0,001 $мг/м^3$ отбирают 300 $дм^3$ воздуха. Фильтры с отобранной пробой хранят в бюксах в холодильнике в течение недели.

10. Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой помещают в химический бюкс и экстрагируют атропин сульфат, добавив 5,0 $см^3$ спирта этилового 96 %, помешивая при этом стеклянной палочкой в течение 5—7 минут, затем фильтр тщательно отжимают, раствор сливают в другой бюкс. Фильтр повторно обрабатывают 5,0 $см^3$ спирта этилового 96 %, снова тщательно отжимают и удаляют. Степень десорбции атропина сульфата с фильтра 98 %. Экстракты последовательно фильтруют с использованием химической воронки через бумажный фильтр «белая лента». Полученный раствор переносят в остродонную колбу со шлифом. Колбу присоединяют к ротационному испарителю и упаривают растворитель при температуре (50—60) °С досуха. Сухой остаток в колбе растворяют в 0,3 $см^3$ спирта этилового 96 %. Для анализа отбирают 0,020 $см^3$ полученного раствора. Хроматографический анализ выполняют в тех же условиях, что и хроматографирование градуировочных растворов.

Регистрируют не менее двух хроматограмм для каждой пробы.

Количественное определение содержания атропина сульфата (в мкг) в анализируемом объеме раствора пробы проводят по предварительно построенной градуировочной характеристике.

Примечание. Фильтрование растворов анализируемых проб проводят для удаления нерастворимых в спирте этиловом вспомогательных веществ, входящих в состав препаративных форм атропина сульфата.

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию атропина сульфата в воздухе рабочей зоны С, (мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot B}{\sigma \cdot V_{20} \cdot K}, \text{ где}$$

a – содержание атропина сульфата в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

B – общий объем раствора пробы, см^3;

$б$ – хроматографируемый объем раствора пробы, см^3;

V_{20} – объем воздуха, отобранный для анализа (дм^3) и приведенный к стандартным условиям (прилож. 1),

K – степень десорбции вещества с фильтра, $K = 0{,}98$.

За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$\frac{2 \cdot |C_1 - C_2| \cdot 100}{(C_1 + C_2)} \le r \text{ , где}$$

C_1, C_2 – результаты параллельных определений массовой концентрации атропина сульфата в воздухе, мг/м^3;

r – значение предела повторяемости, % (табл. 1).

Если условие не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

12. Оформление результатов измерения

Результат количественного химического анализа представляют в виде:

$$\overline{C} \pm 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C} \text{ , при P = 0,95, где}$$

$\overline{C}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми, мг/м^3;

± δ – границы относительной погрешности измерений, % (табл. 1).

Если полученный результат измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация атропина сульфата менее 0,001 мг/м^3 (более 0,02 мг/м^3)».

13. Контроль результатов измерений

13.1. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличительных испытаниях (при проведении аккредитации лабораторий и инспекционного контроля).

Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует пробы, оставленные на хранение.

Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле:

$$\frac{2 \cdot \left| C_{cp1} - C_{cp2} \right| \cdot 100}{(C_{cp1} + C_{cp2})} \le CD_{0,95}, \text{ где}$$

C_{cp1}, C_{cp2} – средние значения массовой концентрации, полученные в первой и второй лабораториях, мг/м^3.

$CD_{0,95}$ – значение критической разности, % (табл. 1).

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднеарифметическое значение. Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (5.3.3).

При разногласиях руководствуются ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 (5.3.4).

13.2. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости по 6.2.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002 и показателя правильности по 6.2.4 ГОСТ Р ИСО 5725-6-2002. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 3 часа 30 минут (без учета времени отбора пробы).

Методика разработана ОАО «Всероссийский научный центр по безопасности биологически активных веществ» («ВНЦ БАВ») (М. И. Голубева, Л. И. Крымова, А. П. Крымов).

Приложение 1

Приведение объёма воздуха к стандартным условиям

Приведение объёма воздуха к стандартным условиям при температуре 293 К (20 °С) и атмосферном давление 101,33 кПа (760 мм рт.ст.):

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273 + t) \cdot 101{,}33}, \text{ где}$$

V_t – объём воздуха, отобранный для анализа, дм^3;

P – барометрическое давление, кПа (101,33 кПа = 760 мм рт. ст.);

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

Для удобства расчёта V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (прилож. 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

	Давление Р, кПа/мм рт. ст.									
t °С	97.33/ 730	97,86/734	98.4/ 738	98.93/742	99.46/ 746	100/ 750	100,53/754	101,06/758	101,33/760	101,86/764
–30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
–26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
–22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
–18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551
–14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
–10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0986	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
–6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
–2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
–0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	0,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9432	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 3

Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ

	стр.
Атропин сульфат	99
Бродифакум	17
Бромадиолон	5
Гексаметилентетрамин	67
Диоксид циркония	40
Пиретрум	52
Ритонавир	78
Ставудин	28
Уротропин	67
ЭП	88
Этилпрокситол	88

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утверждённым «Методическим указаниям по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны»

Название вещества	Ссылка на опубликованные методические указания
1. Препарат «Кормофит»	Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций фитолиазы в воздухе рабочей зоны МУК 4.1.1640—03, дата ут. 29 июня 2003 г., вып. 42, М., 2006, стр. 212
2. Фирменный препарат «Конзим»	Фотометрическое измерение массовых концентраций эндо-1,3в-ксиланазы (ксиланазы) в воздухе рабочей зоны МУК 4.1.1642—03, дата утв. 29 июня 2003 г., вып. 42, М., 2006, стр. 231
3. Препарат «Имудон»	Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций α-4-О-4-0-α-D-галактопиранозил-α-D-глюкозы моногидрата (лактоза моногидрат, лактоза, молочный сахар) в воздухе рабочей зоны МУК 4.1.1687—03, дата утв. 29 июня 2003 г., вып. 44, М., 2007, стр. 81

gost.e-ecolog.ru