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 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*

Методические указания
МУК 4.1.2692—10

1. Общие положения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нём бромадиолона методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в диапазоне массовых концентраций 0,005—0,05 мг/м^3. Погрешность измерений соответствует характеристикам, приведенным в табл. 1.

Методические указания аттестованы в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563-96 с изм. №1, 2 и ГОСТ Р ИСО 5725-2002.

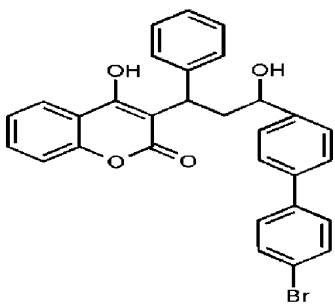
Аттестация МВИ проведена во ФГУП Всероссийском научно-исследовательском институте метрологической службы Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии. Свидетельство № 67-09

* Методика разработана взамен МУК 4.1.1352—03, утв. 16.05.2000 Главным государственным санитарным врачом РФ Г. Г. Онищенко.

* Методика разработана взамен МУК 4.1. №1352-03, утв. 16.05.2003 г. Главным государственным санитарным врачом РФ Г. Г. Онищенко.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула $C_{30}H_{23}BrO_4$

2.3. Молекулярная масса 527,44

2.4. Регистрационный номер CAS 28772-56-7

2.5. Физико-химические свойства

Бромадиолон белое кристаллическое вещество, температура плавления 200—210 °С, не растворим в воде, гексане, эфире, хорошо растворим в ацетоне, хлороформе, этаноле.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика

Бромадиолон является антикоагулянтом (нарушает свёртываемость крови, повышает проницаемость сосудов).

Предельно допустимая концентрация (ПДК) бромадиолона в воздухе рабочей зоны 0,01 мг/м^3. Первый класс опасности.

3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

При соблюдении всех регламентных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности измерений (и её составляющих) не превышает значений, приведенных в табл. 1.

Таблица 1

Характеристики погрешности методики выполнения измерений

Диапазон измерений массовой концентрации бромадиолона, мг/м^3	Показатель точности (границы относительной погрешности) ± δ, % при P = 0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости) σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное средне квадратическое 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)
0,005—0,015 вкл.	25	6	9	17	22
Св. 0,015 до 0,050 вкл.	17	4,5	7	12,5	17

4. Метод измерений

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

Измерение проводят при длине волны 280 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерений содержания бромадиолона в анализируемом объёме пробы – 0,01 мкг.

Нижний предел измерения концентрации бромадиолона в воздухе 0,005 мг/м^3 (при отборе 80 дм^3 воздуха).

Измерению не мешают сопутствующие вещества: триэтаноламин, триэтиленгликоль, а также сахар, мука.

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

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Хроматограф жидкостный фирмы «Waters», США, модель М-996 с градиентной системой элюирования, автосэмплером и УФ-детектором 190–400 нм типа «диодная матрица». Колонка аналитическая, из нержавеющей стали, длиной

250 мм и внутренним диаметром 4,6 мм, заполненная Separon C–18 (размер частиц 5 мкм). 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, 2-100-2	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
Ротационный испаритель ИР-1М с набором колб	ТУ 25-11-917—76
Фильтродержатель	ТУ 95-72-05—77
Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента» диаметр 5,5 см	ТУ 6-09-1678—77
Бюксы стеклянные СВ 19/9, СВ 24/10	ГОСТ 25336—82
Палочки стеклянные	ГОСТ 25336—82

5.2. Реактивы

Бромадиолон –продукт фирмы «Cipa Agrochimica» Италия, с содержанием основного вещества не менее 95,0 %, сертификационный № 02990531	
Ацетонитрил, квалификации осч (для ВЭЖХ UV 200 нм)	ТУ 6-09-14-2167—84
О-фосфорная кислота, квалификации хч 85 %,	ГОСТ 6552—80
Спирт метиловый, хч	ГОСТ 6995—67
Бидистиллированная вода,	ТУ 6-09-2502—77
Хлороформ, ч	ТУ 6-09-4263—76

Примечание. Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже приведенных в разделе 5.

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 соблюдают требования противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и должны быть в наличии средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—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.

6.5. Обучение работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004—90.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц, имеющих высшее или специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедших обучение и владеющих техникой хроматографического анализа, освоивших метод анализа в процессе тренировки и уложившихся в нормативы контроля.

8. Условия выполнения измерений

8.1. Процессы приготовления растворов и подготовку проб к анализу проводят в следующих условиях:

- температура воздуха (20 ± 5) °С,
- атмосферное давление (84—106) кПа
- относительная влажность 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: подготовку посуды, приготовление растворов, подготовку 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 из 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. Основной стандартный раствор бромадиолона в хлороформе с массовой концентрацией 1 мг/см^3 готовят растворением (0,0263 ± 0,0001) г бромадиолона (с учётом % содержания основного вещества) в мерной колбе вместимостью 25 см^3. Раствор устойчив в течение трёх дней при хранении в холодильнике.

9.2.2. Рабочие стандартные растворы бромадиолона № 1, 2, 3, 4, 5 и 6 с массовой концентрацией 40,0; 80,0; 160,0; 240,0; 320,0 и 400,0 мкг/см^3 готовят разбавлением основного стандартного раствора бромадиолона хлороформом в мерных колбах вместимостью 25 см^3. Объём основного стандартного раствора (V, см^3), необходимый для приготовления рабочих стандартных растворов бромадиолона № 1, 2, 3, 4, 5 и 6 рассчитывают по формуле (1):

$$V = \frac{C_1 \cdot V_к}{X}, \text{ где} \qquad (1)$$

X – массовая концентрация бромадиолона в основном стандартном растворе, мкг/см^3;

$V_к$ – объём мерной колбы градуировочного раствора, $V_к$ =25 см^3;

C_1 – рабочий стандартный раствор (№1, 2, 3, 4, 5 и 6 с массовой концентрацией 40,0; 80,0; 160,0; 240,0; 320,0 и 400,0 мкг/см^3)

Растворы устойчивы в течение трёх дней при хранении в холодильнике.

9.2.3. Приготовление элюента

Состав элюента: А – ацетонитрил: метанол = 1 : 1

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

Градиент В – ортофосфорная кислота 0,2 %-ная (по объёму) готовят в мерной колбе вместимостью 100 см^3 следующим образом: к 99,8 см^3 бидистиллированной воды приливают 0,2 см^3 ортофосфорной кислоты.

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 бромадиолона в градуировочном объёме раствора, устанавливают по методу абсолютной калибровки по шести сериям растворов, по пять параллельных определений в каждой серии согласно таблице 2 следующим образом: на фильтры «синяя лента», помещённые в стаканчики, наносят по 0,1 $см^3$ каждого стандартного раствора с массовой концентрацией 40,0; 80,0; 160,0; 240,0; 320,0 и 400,0 мкг/$см^3$, что соответствует 4,0 мкг, 8,0 мкг, 16,0 мкг, 24,0 мкг, 32,0 мкг и 40,0 мкг. После чего фильтры подсушивают при комнатной температуре, затем заливают 5,0 $см^3$ хлороформа и оставляют на 15 минут, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр отжимают, раствор сливают в пробирку, а фильтр повторно заливают 5,0 $см^3$ хлороформа и оставляют на 15 минут, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр отжимают. Экстракты объединяют. Объём растворов доводят до 10,0 $см^3$ хлороформом. Инжектируют в хроматограф по 0,025 $см^3$ каждого из градуировочных растворов.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении бромадиолона

№ градуировочного раствора	Объём и номер рабочих стандартных растворов бромадиолона, $см^3$	Объём хлороформа, $см^3$	Содержание бромадиолона в хроматографируемом объёме градуировочных растворов, мкг
1	0,0	10,0	0,0
2	0,1 $см^3$ раствор № 1	10,0	0,01
3	0,1 $см^3$ раствор № 2	10,0	0,02
4	0,1 $см^3$ раствор№ 3	10,0	0,04
5	0,1 $см^3$ раствор№ 4	10,0	0,06
6	0,1 $см^3$ раствор№ 5	10,0	0,08
7	0,1 $см^3$ раствор№ 6	10,0	0,1

Градуировочные растворы устойчивы в течение суток при хранении в холодильнике.

Инжектируют в хроматограф по 0,025 $см^3$ каждого из градуировочных растворов.

По полученным данным строят градуировочную характеристику зависимости площади пика (усл. ед. $\cdot c$) от содержания бромадиолона в хроматографируемом объёме (мкг).

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

Температура термостата колонки	20°С
Градиент В	от 40 до 10 % за 10 мин
Скорость подачи элюента	0,5 $см^3$/мин
Длина волны УФ-детектора	280 нм
Объём вводимой пробы	0,025 $см^3$
Время удерживания бромадиолона	10 мин 12 сек.

9.5. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировки 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 исследуемого вещества в начале, середине и в конце диапазона измерений, которые анализируют в точном соответствии с прописью методики.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для каждого контрольного образца выполняется условие (2)

$$\frac{\left|S_{изм} - S_{гр}\right|}{S_{гр}} \le K_{гр}, \text{ где} \qquad (2)$$

$S_{изм}$, $S_{гр}$ – значение площади пика (усл. ед. $\cdot c$) бромадиолона в образце для контроля, измеренное и найденное по градуировочной характеристике соответственно;

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

где ±δ – границы относительной погрешности, %, (таблица 1).

Если условие стабильности не выполняется только для одного образца, то повторно анализируют этот образец для исключения результата, содержащего грубую ошибку.

Если градуировка нестабильна, выясняют причины нестабильности и повторяют контроль стабильности с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики её устанавливают заново.

9.6. Отбор проб воздуха

Отбор проб проводят с учётом требований ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитано-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 объёмным расходом 10 $дм^3$/мин аспирируют через фильтр «синяя лента», помещённый в фильтродержатель.

Для измерения ½ ПДК бромадиолона необходимо отобрать 80 $дм^3$ воздуха. Фильтры с отобранной пробой хранят в бюксах в холодильнике в течение недели.

10. Выполнение измерений

После отбора пробы фильтр помещают в химический бюкс вместимостью 25 $см^3$ и добавляют 5,0 $см^3$ хлороформа, помешивая при этом стеклянной палочкой в течение 15 мин, затем фильтр тщательно отжимают, раствор сливают в другой бюкс. Фильтр повторно обрабатывают 5,0 $см^3$ хлороформа, снова тщательно отжимают и удаляют. Экстракты объединяют и переносят в остродонную колбу со шлифом. Колбу присоединяют к ротационному испарителю и упаривают растворитель при температуре не выше 50 °С досуха. Сухой остаток в колбе растворяют в 1,0 $см^3$ хлороформа. Для анализа отбирают 0,025 $см^3$ полученного раствора. Хроматографический анализ выполняют в тех же условиях, что и хроматографирование градуировочных растворов.

Регистрируют не менее двух хроматограмм для каждой пробы.

Количественное определение бромадиолона (в мкг) в анализируемом объёме раствора пробы проводят по предварительно построенной градуировочной зависимости.

11. Обработка результатов измерений

11.1. Массовую концентрацию бромадиолона в воздухе рабочей зоны С ($мг/м^3$) вычисляют по формуле (3)

$$C = \frac{a \cdot B}{б \cdot V_{20}}, \text{ где} \qquad (3)$$

a – содержание бромадиолона в анализируемом объёме раствора пробы, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

B – общий объём раствора пробы, см^3; (1 см^3)

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

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

11.2. За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (4)

$$\frac{2 \cdot |C_1 - C_2| \cdot 100}{(C_1 + C_2)} \le r \text{ , где} \qquad (4)$$

C_1, C_2 – результаты параллельных определений массовой концентрации бромадиолона в воздухе рабочей зоны, мг/м^3;

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

Если условие (4) не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

12. Оформление результатов измерения

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, 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 по 11.2, мг/м^3.

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

В случае, если полученный результат измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация бромадиолона менее 0,005 мг/м^3 (более 0,05 мг/м^3)».

13. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

13.1 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).

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

13.3 Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле (5)

$$\frac{2 \cdot \left| C_{cp1} - C_{cp2} \right| \cdot 100}{(C_{cp1} + C_{cp2})} \le CD_{0,95}, \text{ где} \qquad (5)$$

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 VER 4/1/ процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6 (5.3.3).

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

14. 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, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости по 6.2.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6 и показателя правильности по 6.2.4 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

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.

15. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 2 часа (включая отбор проб).

Методические указания разработаны: НИИ медицины труда РАМН (Грицун Е. Н.)

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