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

Катализатора изомеризации лёгких бензиновых фракций СИ-2 (по диоксиду циркония) в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом*

Методические указания
МУК 4.1.2695—10

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный анализ воздуха рабочей зоны на содержание диоксида циркония (ДЦ) фотометрическим методом в диапазоне массовых концентраций от 2 до 20 мг/м^3. Погрешности измерений соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 1. Методика аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96, ГОСТ Р ИСО 5725-2002. Свидетельство о метрологической аттестации № 01-09, выдано АНО сертификационным центром «ЯрТЕСТ».

2. Характеристика вещества

2.1. Эмпирическая формула ZrO_2

2.2. Молекулярная масса 123,22

2.3. Регистрационный номер CAS 1314-23-4

2.4.Физико-химические свойства

Диоксид циркония – белый кристаллический порошок, плотность 5,68 г/см^3, температура плавления 2700 °С, температура кипения 4300 °С.

* МУК разработан на основании ранее утвержденной методики «Методические указания на фотометрическое определение циркония и его соединений в воздухе» МУ № 1636—77.

Нерастворим в воде, щелочах, кислотах, кроме фтористоводородной и концентрированной серной кислотах. В воздухе находится в виде аэрозоля.

2.5. Токсикологическая характеристика

Катализатор изомеризации легких бензиновых фракций СИ-2 обладает фиброгенным действием.

Предельно допустимая среднесменная концентрации (ПДК) в воздухе рабочей зоны (по диоксиду циркония) 4 мг/м^3, 3 класс опасности.

3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Настоящая методика количественного химического анализа (КХА) диоксида циркония обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, значения которых не превышают представленных в табл. 1 (при доверительной вероятности $p = 0,95$). Значения метрологических показателей методики приведены в виде зависимости от значения массовой концентрации C анализируемого компонента в пробе. Систематическая погрешность незначима.

Таблица 1

Результаты метрологической аттестации методики количественного химического анализа

Диапазон определяемых массовых концентраций диоксида циркония, мг/м^3	Повторяемость σ_r, мг/м^3	Воспроизводимость σ_R, мг/м^3	Показатель точности (границы расширенной неопределенности) $\pm U$, мг/м^3	Границы систематической погрешности пробоотбора $\pm \delta_o$,%
От 2,0 до 20,0	0,08C	0,11C	0,22C	5

4. Метод измерений

Измерение массовых концентраций диоксида циркония основано на взаимодействии ионов циркония с пирокатехинсульфофталеином с образованием окрашенного соединения и на последующем фотометрировании при длине волны 530 нм с использованием зелёного светофильтра.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр АФА-ХП-20.

Нижний предел измерения содержания диоксида циркония в анализируемой пробе 13 мкг.

Нижний предел измерения концентрации диоксида циркония в воздухе 2 мг/м^3 (при отборе 6,5 дм^3 воздуха).

Метод селективен в условиях производства катализатора изомеризации лёгких бензиновых фракций СИ-2.

Определению не мешают алюминий, ванадий, железо(III) и титан при содержании в пробе до 100 мкг. Определению мешает цирконий и его другие соединения.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

Средства измерений

Фотоэлектрический колориметр КФК-3КМ	ГОСТ 12083, Госреестр СИ № 31884-06
Весы лабораторные ВЛР-200	ГОСТ 24108, Госреестр СИ № 4233-92
Набор гирь Г-2-210	ГОСТ 7328—2001
Пробоотборное устройство ПУ-2Э,	ГОСТ Р 51945, Госреестр СИ №14531-03
Секундомер электрический ПВ-53 Щ,	ГОСТ 8.286—78
pH-метр Мультитест ИПЛ-301,	Госреестр СИ № 21545—01
Пипетки градуированные 1-2-2-1, -2, -5, -10,	ГОСТ 29227—97
Автоматическая пипетка «Ленпипет» типа Дигитал 0,01—0,1 $см^3$	
Колбы мерные, 2-25-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2 и 2-1000-2 ПМ ХС,	ГОСТ 1770—74
Пробирки П-1-10-0,1 ХС	ГОСТ 25336—82
Термометр ТЛ-2	ГОСТ 215—73
Барометр-анероид	ГОСТ 2504—95
Секундомер механический	ТУ 25-1894.003—90

5.2. Вспомогательные устройства

Пробирки колориметрические, плоскодонные	ГОСТ 25336—82
Чашки фарфоровые	ГОСТ 9147—82
Пробирки центрифужные П-1-10	ГОСТ 1770—74
Бюксы 50/30	ГОСТ 23932—90
Ступка фарфоровая с пестиком,	ГОСТ 9147
Тигли платиновые	ГОСТ 6563
Центрифуга, ЦЛУ 1	ТУ 10-23-306—86
Печь муфельная	ТУ 79-337—77
Баня водяная, Лаб-ТБ-4	

5.3. Реактивы

Цирконий хлорокись 8-водный, производство Alfa Aesar, A12342, содержание основного компонента не менее 98 %	
Соляная кислота концентрированная, хч	ГОСТ 3118—77
Пирокатехиновый фиолетовый, чда	ТУ 6-09-07-1087—78
Аммиак, 25-процентный раствор, чда	ГОСТ 3760—79
Аммоний уксуснокислый, ч	ГОСТ 3117—78
Кислота уксусная ледяная, хч	ГОСТ 61—75
Метиловый оранжевый, чда	ГОСТ 10816—84
Натрий углекислый безводный, хч	ГОСТ 83—79
Натрий тетраборнокислый 10-водный, хч	ГО-76СТ 4199—76
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Трилон Б, ч	ГОСТ 10562—73
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Магний хлористый, ч	ГОСТ 4209—77

5.3. Материалы

Фильтры АФА-ХП-20	ТУ 95-1892—89
Фильтры беззольные (синяя лента)	ТУ 6-09-1678—86

Допускается применение иных средств измерения, вспомогательных устройств, реактивов и материалов, обеспечивающих показатели точности, установленные для данных методических указаний.

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 меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91.

6.3. При выполнении измерений с использованием фотоколориметра соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019 и инструкции по эксплуатации прибора.

6.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90. Помещение 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. Необходимо провести обучение работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004—90.

7. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускают лиц со средним специальным или высшим образованием, имеющих опыт работы в химической лаборатории, прошедших обучение и владеющих техникой фотометрического анализа, а также освоивших метод анализа.

8. Условия измерений

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

8.2. Измерения на фотоколориметре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерения

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Для приготовления буферного раствора растворяют 27 г уксуснокислого аммония в 900 $см^3$ воды, прибавляют по каплям уксусную кислоту до pH 5,3, который контролируют с помощью pH-метра и доливают водой до 1000 $см^3$.

9.1.2. 5-процентный раствор трилона Б готовят растворением навески 1,25 г в 23,75 $см^3$ дистиллированной воды.

9.1.3. 0,1-процентный раствор пирокатехинового фиолетового готовят растворением навески 0,25 г в дистиллированной воде в колбе вместимостью 250 $см^3$.

9.1.4. Раствор соляной кислоты концентрацией 0,5 моль/$дм^3$ (1,8 %) готовят разбавлением концентрированной кислоты в колбе вместимостью 100 $см^3$. Для этого в колбу вносят 1,5 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой.

9.1.5. Раствор соляной кислоты концентрацией 2,0 моль/$дм^3$ (7,0 %) готовят разбавлением концентрированной кислоты в колбе вместимостью 100 $см^3$. Для этого в колбу вносят 6,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой

9.1.6. 0,05-процентный раствор метилового оранжевого готовят растворением навески 0,25 г в дистиллированной воде в колбе вместимостью 500 $см^3$.

Растворы устойчивы в течение месяца.

9.2. Приготовление реакционной массы (плавня)

Тщательно растирают в фарфоровой ступке 3 части натрия углекислого и 2 части прокаленного натрия тетраборнокислого. К 100 г полученной смеси прибавляют 1 г безводного хлористого магния и снова растирают в однородную массу.

9.3. Подготовка прибора

Общую подготовку прибора осуществляют согласно инструкции по его эксплуатации.

9.4. Приготовление стандартного раствора

Стандартный раствор № 1 с содержанием циркония 0,148 мг/см^3 готовят в мерной колбе на 100 см^3 растворением (0,0523 ± 0,0001) г хлорокиси циркония в 0,5 моль/дм^3 раствора соляной кислоты. Раствор устойчив в течение месяца

9.5. Приготовление градуировочных растворов

Градуировочные растворы готовят в мерных колбах вместимостью 25 см^3. Для этого в каждую колбу вносят пипеткой стандартный раствор циркония № 1 в соответствии с табл. 2, соляную кислоту и трилон Б и тщательно перемешивают. Растворы №№ 1—3 готовят с помощью пипетки вместимостью 0,1 см^3, №№ 4—6 – пипетки вместимостью 0,5 см^3.

Суммарная стандартная расширенная неопределенность процедуры приготовления градуировочных растворов не превышает 1,5 %.

Градуировочные растворы используют свежеприготовленными.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении диоксида циркония

Растворы	Номер градуировочного раствора					
	1	2	3	4	5	6
Объём стандартного раствора, см^3	0	0,05	0,1	0,2	0,3	0,5
Соляная кислота, 2 моль/дм^3 раствор, см^3	5,0	4,95	4,9	4,8	4,7	4,5
Трилон Б, 5-процентный раствор, см^3	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Содержание циркония*, мкг	0	7,4	14,8	29,6	44,4	74,0
*Для пересчёта на диоксид циркония пользуются коэффициентом пересчёта (см. п.13.1)						

9.6. Установление градуировочной характеристики

Во все растворы шкалы, приготовленные в колбах на 25 см^3, прибавляют по 1 капле 0,05 %-го раствора метилового оранжевого и осторожно нейтрализуют 25 %-м раствором аммиака до перехода окраски в желтый цвет. Затем прибавляют по каплям раствор соляной кислоты концентрацией 2 моль/дм^3 до перехода окраски в оранжевый цвет, 8—10 см^3 буферного раствора, 0,7 см^3 0,1 % раствора пирокатехинового фиолетового и доводят до метки колбы буферным раствором. Через 30 мин фотометрируют в кюветах с толщиной оптического слоя 0,5 см при длине волны 530 нм (зеленый светофильтр) по сравнению с холостой пробой, которую готовят одновременно и аналогично рабочим пробам (раствор № 1 по табл. № 2).

Измеряют оптическую плотность и на основании результатов измерений строят градуировочную зависимость оптической плотности при измерении *i*-го раствора массы *m* циркония в объёме раствора, в мкг.

9.7. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль проводится не реже одного раза в квартал, а также после ремонта и поверки прибора. Для контроля стабильности готовят три градуировочных раствора в начале, середине и конце интервала измерения по п. 9.5 и выполняют измерения по п. 9.6.

Критерием стабильности градуировочной характеристики является доверительный интервал значений оптической плотности, рассчитанный для каждого градуировочного раствора следующим образом:

– рассчитывают среднее арифметическое значение оптической плотности для *i*-го градуировочного раствора ($\overline{S_i}$), измеренной при установлении градуировочной характеристики.

$$\overline{S}_i = \frac{\sum_{i=1}^{n} S_{ni}}{n}, \text{ где}$$

S_{ni} – оптическая плотность, измеренная при *n*-м измерении для *i*-го градуировочного раствора;

n – число измерений в градуировочной смеси;

– рассчитывают среднее квадратичное отклонение измерений оптической плотности для *i*-го градуировочного раствора ($\overline{S}_{0i}$):

$$S_{0i} = \frac{(\sum (S_{ni} - \overline{S}_{ni})^2)^{0,5}}{(n-1)^{0,5}};$$

– рассчитывают отклонение ε от среднего значения n измерений оптической плотности для i-го градуировочного раствора:

$$\varepsilon = \frac{t_{f,p} \cdot S_i}{n^{0.5}},$$

– рассчитывают границы доверительного интервала:

$$S_{i\min} = \overline{S}_i - \varepsilon,\ S_{i\max} = \overline{S}_i + \varepsilon\text{, где}$$

$t_{f,p}$ – коэффициент Стьюдента при f степеней свободы и двусторонней доверительной вероятности p. Для $n = 6$ $f = n - 1 = 5$, $P = 95$ %, $t_{f,p} = 2{,}57$.

Результат контрольной процедуры (стабильность градуировочной характеристики) признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$S_{i\min} \le S_{ki} \le S_{i\max},$$

где S_{ki} – значение оптической плотности, полученного при контрольном измерении для выбранного градуировочного раствора, условные единицы.

В случае невыполнения выше указанного условия для двух из трех измерений градуировочную характеристику устанавливают заново.

10. Отбор проб воздуха

Отбор проб проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны», в соответствии с Р 2.2.2006-05, прилож. 9, п. 3: «контроль соответствия среднесменным ПДК».

Воздух с объёмным расходом 10 дм^3/мин аспирируют через фильтр АФА-ХП-20. Для измерения $^1/_2$ ПДК диоксида циркония достаточно отобрать 6,5 дм^3 воздуха. Пробы можно хранить в бюксе в течение недели.

11. Выполнение измерений

После отбора пробы фильтр переносят в платиновый тигель и озоляют на газовой горелке или в муфельной печи. К остатку добавляют 2 г плавня и тигель помещают в передней части нагретой муфельной печи. Когда прекратится вспенивание, тигель продвигают на середину печи и выдерживают до полной прозрачности плава. При температуре около 900 °С сплавление продолжается 5 мин. По охлаждении в тигель нали-

вают 10 см^3 воды и помещают на кипящую водяную баню. При нагревании плав отходит от стенок тигля, жидкость с осадком переносят в центрифужную пробирку, тигель промывают 2 см^3 воды, сливая раствор в ту же пробирку, и центрифугируют при 2000 об/мин. Затем жидкость сливают с осадка, осадок дважды промывают дистиллированной водой то 5 см^3 с последующим центрифугированием. Далее раствор сливают с осадка и осадок растворяют 5 см^3 2 моль/дм^3 раствора соляной кислоты при нагревании на кипящей водяной бане. После растворения осадка жидкость переносят в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора. Измерение проводят согласно п. 9.6.

Выполняют два единичных измерения в условиях повторяемости (один и тот же раствор анализирует один оператор на одном экземпляре прибора практически в одно и то же время).

12. Определение степени извлечения с фильтра

Для определения степени извлечения на фильтр наносят пипеткой 0,05—0,25 см^3 (v_p) стандартного раствора. Далее проводят измерение согласно п.11 и определяют количество циркония в анализируемой пробе m_a. Рассчитывают степень извлечения K_u по формуле

$$K_u = \frac{m_a}{v_p \cdot C_{ст}}, \text{ где}$$

m_a – масса циркония в анализируемой пробе, мкг;

v_p – объём наносимого на фильтр раствора, см^3;

$C_{ст}$ – концентрация стандартного раствора.

За степень извлечения принимают значение среднего арифметического из всех опытов. Степень извлечения должна составлять не менее 0,77.

13. Вычисление результатов измерений

13.1. Расчёт содержания диоксида циркония в анализируемой пробе

Содержание диоксида циркония в общем объеме пробы X, мкг определяют по формуле:

$$X_{1(2)} = m_{1(2)} \cdot \frac{K_1}{K_u}, \text{ где}$$

$m_{1(2)}$ – содержание циркония во всем объеме раствора пробы, определенное по градуировочной зависимости для двух измерений, выполненных в условиях повторяемости, мкг;

K_1 – коэффициент пересчета, равный отношению молекулярных масс диоксида циркония и циркония, $K_1 = M_{ZrO_2}/M_{Zr} = 1{,}35$;

K_u – степень извлечения вещества с фильтра 0,77.

13.2. Контроль повторяемости

Проводят при каждом анализе, Результат контроля повторяемости признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|X_1 - X_2| \le r, \text{ где}$$

$X_{(1,2)}$ – значения результатов измерений содержания диоксида циркония, полученные в условиях повторяемости, мкг;

r – предел повторяемости, приведённый в табл. 3, мкг.

13.3. Проверка приемлемости результатов измерений

При положительном заключении о контроле повторяемости результаты измерений, выполненные в условиях повторяемости, признают приемлемыми. За результат испытания принимают значение среднего арифметического результатов измерений содержания диоксида циркония, полученных в условиях повторяемости.

При отрицательном заключении о контроле повторяемости дополнительно получают ещё один результат измерений. Если при этом расхождение максимального и минимального значений ($X_{max} - X_{min}$) мкг из результатов трёх измерений равен или менее критического диапазона для трёх измерений CR_r (из 3), мкг, рассчитанного по формуле:

$$CR_r \text{ (из 3)} = 1{,}19 \cdot r, \text{ где}$$

r – значение характеристики повторяемости, приведённое в табл. 3, то в качестве результата испытания фиксируется среднее арифметическое значение результатов трёх измерений.

При превышении предела повторяемости для трёх измерений в качестве результата испытания фиксируется медиана трёх измерений, т.е. выбирается второе по значению измерение в ряду расположенных по возрастанию значений.

13.4. Расчёт массовой концентрации диоксида циркония в воздухе

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

$$C = \frac{X}{V_{20}}, \text{ где}$$

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

X – содержание диоксида циркония в общем объёме пробы, мкг.

14. Оформление результатов измерений

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

C ± U, мг/м^3 (P=0,95), где

C – значение результатов измерения массовой концентрации диоксида циркония, мг/м^3

U – границы расширенной неопределённости по табл. 1, мг/м^3

В случае, если полученный результат измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация диоксида циркония в воздухе рабочей зоны менее 2 мг/м^3 (более 20 мг/м^3)».

15. Контроль результатов измерения

15.1. Контроль прецизионности

15.1.1. Контроль повторяемости проводят при каждом измерении по п. 13.2.

15.1.2. Контроль воспроизводимости.

Контроль воспроизводимости проводят на реальных пробах с участием двух лабораторий.

Общий объём раствора, полученный при выполнении анализа делят пополам, выполняют измерения по п. 9.6 и обработку результатов измерений по п. 13.1—13.3.

Результат контроля воспроизводимости признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|X_1 - X_2| \le R\,,$$

где $X_{(1,2)}$ – значения результатов измерений содержания диоксида циркония в анализируемом объеме пробы, полученные в условиях воспроизводимости, мкг;

R – предел контроля воспроизводимости, приведённый в табл. 3, мкг

15.2. Контроль правильности

Образцом для контроля правильности является фильтр АФА-ХП-20, на который наносят раствор хлорокиси циркония.

Принятое опорное значение массы циркония в образце для контроля, аттестованное по процедуре приготовления ($m_{ОК}$), составляет 7,4—74 мкг

(или 10—100 мкг в пересчете на диоксид циркония). Для приготовления образца для контроля 0,05—0,5 $см^3$ стандартного раствора наносят на фильтр АФА-ХП, помещенный в бюкс.

Суммарная стандартная неопределенность процедуры приготовления образца не превышает 3 %.

Обработку фильтра и измерения выполняют в соответствии с п. 11 настоящей методики, обработку результатов измерений проводят по п. 13.1—13.3.

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$LCL \le m_к \le UCL, \text{ где}$$

$m_к$ – значение результата контрольного измерения, мкг;

LCL(UCL) – нижний (верхний) предел контроля правильности, мкг, по табл. 3

При отрицательном результате контроля правильности выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Таблица 3

Значения нормативов контроля точности измерений

Диапазон измерений содержания диоксида циркония в пробе, мкг	Предел контроля повторяемости, *r*, мкг (n = 2, P = 95 %)	Предел контроля воспроизводимости, *R*, мкг (p =2, P = 95 %)	Пределы контроля правильности (P=90%)	
			нижний *LCL*, мкг	Верхний *UCL*, мкг
от 10 до 100 вкл.	0,24 $\overline{X}$ *	0,30 $\overline{X}$ **	$m_{ОК}$ – 0,18 $m_{ОК}$	$m_{ОК}$ +0,18 $m_{ОК}$

$\overline{X}$ * – значение среднего арифметического результатов двух единичных измерений, выполненных в условиях повторяемости, мкг;

$\overline{X}$ **– значение среднего арифметического результатов двух измерений, выполненных в условиях промежуточной прецизионности с факторами различия: время, оператор, мкг.

$m_{ОК}$ – принятое опорное значение массы диоксида циркония в образце для контроля, мкг

16. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов (без учёта времени на градуировку) требуется 4 часа.

Методические указания разработаны ГОУ ВПО «Российский государственный медицинский университет» (РГМУ) (Н. Г. Иванов, Е. Б. Гугля).

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