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 1,3,5,7-тетраазатрицикло-[3.3.1.1]декана (гексаметилентетрамина, уротропина) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом

Методические указания
МУК 4.1.2697—10

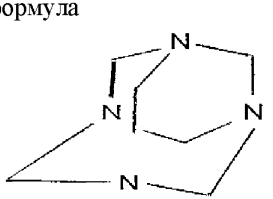
1. Общие положения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем уротропина спектрофотометрическим методом в диапазоне массовых концентраций от 0,12 до 0,65 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 № 47-09.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.3. Молекулярная масса 140,2 г/моль

2.4. Регистрационный номер CAS 100-97-0

2.5. Физико-химические свойства

Уротропин – белый кристаллический порошок, гигроскопичен, плотность 5,68 г/см^3, температура плавления больше 250 °С, в вакууме возгоняется при 230 °С. Давление насыщенных паров 0,004 мм рт. ст. при 25 °С. Растворим в воде (81 г на 100 см^3), этиловом спирте, хлороформе, не растворим в эфире. Уротропин – нестойкое вещество, в слабокислом растворе разлагается на формальдегид и аммиак.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

2.6. Токсикологическая характеристика

Уротропин обладает специфическим раздражающим действием на кожу и слизистые оболочки.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны 0,3 мг/м^3. Класс опасности второй.

3. Метрологические характеристики

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

Таблица 1

Характеристики погрешности методики выполнения измерений

Диапазон измерений массовой концентрации уротропина, мг/м^3	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, % 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 0,12 до 0,65 вкл.	15	3	5	8	13

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации уротропина основано на гидролизе уротропина в кислой среде с образованием формальдегида и

реакции последнего с фуксинсернистым реактивом с последующим спектрофотометрическим определением окрашенного в сине-фиолетовый цвет соединения при длине волны 580 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания в растворе пробы 20 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации уротропина в воздухе 0,12 мг/м^3 (при отборе 200 дм^3 воздуха).

Метод селективен в условиях производства уротропина, в присутствии аммиака и формальдегида.

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

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

Спектрофотометр марки СФ-2000, предел допускаемого значения абсолютной погрешности 1 %, рабочий диапазон длин волн 200–1100 нм,	ГОСТ 15150—79
Весы лабораторные электронные BP 221S специального класса точности; дискретность – не более 0,1 мг, наименьший предел взвешивания – не более 0,01 мг, наибольший пределом взвешивания – не более 220 г	ГОСТ 24104—2001
Набор гирь Г-2-210	ГОСТ 7328—2001
Аспиратор ПУ-4Э	ТУ 4215-000-11696625–2003 Госреестр СИ 14531—03
Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2, 1-2-2-5, 1-2-2-10	ГОСТ 29227—91
Колбы мерные, 2-25-2, 2-100-2 , 2-250-2	ГОСТ 1770—74
Пробирки П-1-10-0,1 ХС	ГОСТ 1770—74
Термометр ТЛ-2, (0-50) °С	ГОСТ 215—73
Барометр-анероид	ГОСТ 23696—79
Мерный цилиндр 2–250	ГОСТ 1770—74
Ультразвуковая ванна УЗВ-10 ТН, фирмы «Рэлтек»	
Фильтродержатель	ТУ 95-72-05—77
Колбы конические, вместимостью 200 см^3	ГОСТ 25336—82
Стеклянные палочки	ГОСТ 25336—82

Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм	
Бюксы стеклянные СВ 50/30	ГОСТ 25336—82
Фильтры бумажные обеззоленные «синяя лента», диаметр 5,0 см	ТУ 6-09-1678—86

5.2. Реактивы

Уротропин (гексаметилентетрамин), квалификации ч с содержанием основного вещества 98,5 %,	ТУ 6-09-09-353—74
или по	ГОСТ 1381—73
Кислота соляная, квалификации хч, уд. вес 1,19	ГОСТ 3118—77
Кислота серная, квалификации хч, уд. вес 1,84,	ГОСТ 4204—77
Вода дистиллированная,	ГОСТ 6709—72
Натрий сернистокислый 7-водный, квалификации чда	ГОСТ 429—76
Фуксин основной для фуксинсернистой кислоты, квалификации чда	ТУ 6-09-4068—75

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 и ГОСТ 12.1.005—88.

6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ соблюдают меры 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 спектрофотометра соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкции по эксплуатации прибора.

6.4. 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. 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 спектрофотометрического анализа, освоивших метод анализа в процессе тренировки и уложившихся в нормативы контроля при проведении процедуры контроля погрешности анализа.

8. Условия 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 спектрофотометре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовку посуды, приготовление растворов, подготовку спектрофотометра, 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 уротропина с массовой концентрацией 1000,0 мкг/см^3 готовят растворением (0,0271 ± 0,0001) г уротропина (с учетом % содержания основного вещества) в мерной колбе вместимостью 25 см^3 в дистиллированной воде, доводя раствор до метки.

Раствор устойчив в течение недели.

9.2.2. Градуировочный раствор уротропина с массовой концентрацией 100 мкг/см^3 готовят разведением 2,5 см^3 основного стандартного раствора дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 25 см^3.

Раствор устойчив в течение недели.

9.2.3. Раствор сульфита натрия с концентрацией 100 г/дм^3 готовят в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Взвешивают и количественно переносят в колбу 10,0 г сульфита натрия, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, объем раствора доводят до метки дистиллированной водой.

Используют свежеприготовленный раствор.

9.2.4. Фуксинсернистый реактив

Взвешивают 0,20 г кристаллического основного фуксина, растирают в порошок, переносят в коническую колбу вместимостью 200 см^3, растворяют в 120 см^3 дистиллированной воды при (50—60) °С. Не охлаждая, раствор фильтруют и прибавляют 20 см^3 свежеприготовленного раствора сульфита натрия, затем добавляют 2,0 см^3 концентрированной соляной кислоты. Раствор закрывают пробкой и оставляют в темном месте на 24 ч. За это время раствор обесцвечивается или приобретает бледно-розовый оттенок.

Раствор хранят в темной склянке в течение 6 месяцев.

9.3. Подготовка прибора

Подготовку спектрофотометра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности растворов от массы уротропина, устанавливают по 6 сериям растворов из 5 параллельных определений для каждой серии согласно табл. 2.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении уротропина

Растворы	Номер градуировочного раствора						
	1	2	3	4	5	6	7
Объем стандартного раствора уротропина с массовой концентрацией 100 мкг/см^3, см^3	0	0,2	0,3	0,4	0,5	0,8	1,08
Объем дистиллированной воды, см^3	4,0	3,8	3,7	3,6	3,5	3,2	2,92
Содержание уротропина в анализируемом растворе, мкг	0	20	30	40	50	80	108

В подготовленные градуировочные растворы растворы прибавляют по 0,5 см^3 концентрированной серной кислоты, растворы перемеши-

вают и оставляют на 5 мин, затем добавляют 1,0 см^3 фуксинсернистого реактива. Через 30 мин измеряют оптическую плотность окрашенных растворов в кюветах с толщиной слоя 10 мм при длине волны 580 нм, по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (окраска растворов стабильна в течение 30 мин).

Строят градуировочную характеристику: на ось ординат наносят значения оптической плотности растворов, на ось абсцисс – соответствующие им величины содержания вещества в градуировочном растворе (мкг).

9.5. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировки проводят не реже одного раза в 3 месяца, а также после ремонта и поверки прибора, смены реактивов.

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 (1)

$$\frac{\left|D_{изм} - D_{гр}\right| \cdot 100}{D_{гр}} \le K_{гр}, \text{ где} \qquad (1)$$

$D_{изм}$, $D_{гр}$ – значение оптической плотности (е. о. п.) уротропина 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 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.

10. Отбор проб

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. 2: «Контроль соответствия максимальным ПДК».

Воздух с объемным расходом 20 дм^3/мин аспирируют через фильтр типа «синяя лента». Для измерения $^1/_2$ ПДК уротропина достаточно отобрать 200 дм^3 воздуха.

Пробы допускается хранить в бюксе в течение двух недель.

11. Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой с помощью пинцета переносят в бюкс и заливают 4,8 см^3 дистиллированной воды. Бюкс помещают на 10—15 мин в ультразвуковую ванну. Затем фильтр, отжимают с помощью стеклянной палочки и удаляют, раствор количественно переносят в мерную пробирку и доводят объём до 4,8 см^3 дистиллированной водой (при необходимости раствор фильтруют). Для анализа отбирают 4,0 см^3 раствора пробы. Далее анализ проводят аналогично градуировочным растворам. Измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм при длине волны 580 нм по отношению к раствору сравнения, используя чистый фильтр.

Количественное определение содержания уротропина (в мкг) проводят по предварительно построенной градуировочной характеристики.

Выполняют два единичных измерения в условиях повторяемости.

12. Определение степени извлечения с фильтра

Наносят на фильтры 1,08 см^3 и 0,5 и 0,2 градуировочного раствора уротропина с массовой концентрацией 100 мкг/см^3 (108, 50 и 20 мкг уротропина), подсушивают в течение 15 мин. Проводят измерение согласно п. 11 и определяют содержание уротропина $a_и$, мкг, по градуировочному графику. Степень извлечения рассчитывают как

$$K_и = \frac{a_и V_2}{V_1 v_р C_{ст}}, \text{ где} \qquad (2)$$

$a_н$ – масса уротропина в анализируемом объеме раствора, мкг;

V_1 – объем раствора, взятый для анализа, V_1 = 4,0 см^3;

V_2 – общий объем раствора, V_2 = 4,8 см^3;

$v_р$ – объем наносимого на фильтр раствора, см^3;

$C_{ст}$ – концентрация стандартного раствора.

За степень извлечения принимают значение среднего арифметического из трех опытов. Степень извлечения должна составлять не менее 0,95.

13. Вычисление результатов измерений

13.1. Массовую концентрацию уротропина в воздухе рабочей зоны С, мг/м^3, вычисляют по формуле (2):

$$C = \frac{a \cdot V_2}{V_1 \cdot V_{20} \cdot K_и}, \text{ где} \qquad (3)$$

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

V_1 – объём раствора, взятый для анализа, V_1 =4,0 см3

V_2 – общий объем раствора пробы, V_2=4,8 см3

K – степень извлечения уротропина с фильтра;

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

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

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

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

r – предел повторяемости, % (табл. 1).

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

13.3. 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 12.2, мг/м^3;

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

В случае, если полученный результат измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следую-

щую запись в журнале: «массовая концентрация уротропина менее 0,12 мг/м^3 (более 0,65 мг/м^3)».

14. Контроль результатов измерений

14.1. 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

$$\frac{2 \cdot \left| C_{ср1} - C_{ср2} \right| \cdot 100}{(C_{ср1} + C_{ср2})} \le CD_{0,95}, \text{ где} \qquad (5)$$

$C_{ср1}$, $C_{ср2}$ – 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).

14.2. 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.

15. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 4 часа.

Методика разработана ГОУ ВПО «Российский государственный медицинский университет» (Иванов Н. Г.)

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