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 4.1.1711—4.1.1733—03

Выпуск 45

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008.—199 с.

1. Подготовлены творческим коллективом специалистов Научно-исследовательского института медицины труда РАМН в составе: Л. Г. Макеева — руководитель, Г. В. Муравьева, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Г. Ф. Громова, при участии А. И. Кучеренко (Департамент Госсанэпиднадзора Минздрава России).

2. Рекомендованы к утверждению на совместном заседании группы Главного эксперта Комиссии по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию по проблеме «Лабораторно-инструментальное дело и метрологическое обеспечение» и методбюро п/секции «Промышленно-санитарная химия» Проблемной комиссии «Научные основы медицины труда».

3. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации 29 июня 2003 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

© Роспотребнадзор, 2008
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008

Содержание

Введение 5

Измерение массовых концентраций аммоний перрената в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: МУК 4.1.1711—03 6

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1-бензил-1-фенилгидразина гидрохлорида в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1712—03 13

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций бензол-1,2-дикарбонового альдегида (ортофталевый альдегид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1713—03 21

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N, N' – бис (диацетил) этан – 1,2-диамина (тетраацетилэтилендиамина) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1714—03 29

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций бис (1метилэтил) нафталинсульфоновой кислоты натриевой соли (супражила WP) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1715—03 37

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1-гексадецил-пиридиний хлорида моногидрата (цетилпиридиний хлорид моногидрат) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1716—03 45

Фотометрическое измерение массовых концентраций гексафторида селена в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1717—03 53

Газохроматографическое измерение массовых концентраций 1,1,1,2,3,3,3-гептафторпропана (хладона-227_{ea}) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1718—03 64

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-гидроксиметил-4-метил-1-фенилпиразолидона (димезона S) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1719—03 72

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N,N-диметил-N-[3-[1-оксотетрадецил)амино]-пропил] бензолметанамминий хлорида гидрата (мирамистина) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1720—03 80

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N-(1,1-диметилэтил)-2-бензотиазолсульфенамида (сульфенамида Т) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1721—03 88

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2,5-диоксо-3-(2-пропенил)-1-имидозолидилметил (1 RS)- цис, транс-2,2-диметил- 3-(2-метилпропенил) циклопропан карбоксилата (имипротрина) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1722—03 97

Измерение массовых концентраций 2-имидазолидинона (этиленмочевина) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1723—03 105

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций калия фторида аддукта с гидропероксидом (1 : 1) (пероксогидрата-фторида калия) (ПФК) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1724—03 113

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций метилен-бис (полиметилнафтила сульфоната) натрия (супражил $^{MNS}/_{90}$) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1725—03 121

Газохроматографическое измерение массовых концентраций 3-метиленциклобутанкарбонитрила (циклобутанкарбонитрила) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1726—03 129

Измерение массовых концентраций S-метил-N-(метилкарбомоил)-окситиоацетимидата (метомила) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1727—03 138

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2-(4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил-карбамоилсульфамоил) бензойной кислоты (метсульфурон-метила) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1728—03 146

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2-[4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил (метил) карбамоилсульфамоил] бензойной кислоты (трибенуронметила) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1729—03 154

Газохроматографическое измерение массовых концентраций 3-оксо-2-(трифторметил) додекафтороктановой кислоты (перфтор-2-метил-3-оксаоктановой кислоты) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1730—03 162

Измерение массовых концентраций 1-(4–хлорбензоил)–5–метокси–2–метил–1Н-индол-3-этановой кислоты (индометацин) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.1731—03 170

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций этандионовой кислоты дигидрата (щавелевой кислоты дигидрата) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1732—03 178

Газохроматографическое измерение массовых концентраций этил-трет-бутилового эфира (ЭТБЭ) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1733—03 187

Приложение 1. Приведение объема воздуха к стандартным условиям 197

Приложение 2. Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям 198

Приложение 3. Указатель основных синонимов технических, торговых и фирменных названий веществ 199

Введение

Методические указания «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 45) разработаны с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочным безопасным уровням воздействия (ОБУВ) и являются обязательными при осуществлении санитарного контроля.

Включенные в данный сборник 23 методики контроля вредных веществ в воздухе рабочей зоны разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений», МИ 2335—95 «Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа», МИ 2336—95 «Характеристики погрешности результатов количественного химического анализа. Алгоритмы оценивания».

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 ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны», ГН 2.2.5.1314—03 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и дополнениями к ним.

Методические указания по измерению массовых концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для центров госсанэпиднадзора, 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
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра
здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
29 июня 2003 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Фотометрическое измерение массовых концентраций гексафторида селена в воздухе рабочей зоны

Методические указания МУК 4.1.1717—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный анализ воздуха рабочей зоны на содержание гексафторида селена спектрофотометрическим методом в диапазоне массовых концентраций от 0,1—1,0 мг/м^3 .

2. Характеристика вещества

2.1. Гексафторид селена имеет структуру октаэдра с атомом Se в центре.

2.2. Эмпирическая формула SeF_6.

2.3. Молекулярная масса 192,25 а.е.м.

2.4. Регистрационный номер CAS 7783-79-1.

2.5. Физико-химические свойства.

Бесцветный газ.

Запах неприятный (близкий к запаху гниющего чеснока).

Негорюч, невзрывоопасен.

Температура плавления (1 500 мм.рт.ст.) – 34,6 °С.

Температура кипения (945 мм.рт.ст.) – 34,8 °С.

Хорошо растворим в органических растворителях, плохо – в воде.

В воздухе находится в виде паров (давление насыщенного пара при 20 °С составляет 23,4 кГс/см^2).

2.6. Токсикологическая характеристика.

Оказывает избирательное раздражающее действие на легкие (отек легких).

Класс опасности I.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) гексафторида селена в воздухе рабочей зоны 0,2 мг/м^3 .

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 22 %, при доверительной вероятности $P = 0,95$.

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации гексафторида селена выполняют фотометрическим методом.

Метод основан на улавливании гексафторида селена из воздуха н-бутиловым спиртом, насыщенным йодидом калия, последующей реэкстракции соединения селена 5-процентным раствором хлорида натрия. При взаимодействии соединения селена с 3,3-диаминобензидином образуется пиазоселенол, который в толуоле обладает способностью светопоглощения при длине волны 420 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием.

Нижний предел измерения содержания гексафторида селена в фотометрируемом объеме – 0,5 мкг.

Нижний предел измерения концентрации гексафторида селена в воздухе 0,1 мг/м^3 (при отборе 5 дм^3 воздуха).

Метод селективен для определения гексафторида селена на всех стадиях получения. Присутствие других веществ в воздухе рабочей зоны на стадиях получения селена исключено.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Фотоэлектроколориметр
концентрационный, КФК–2

Кюветы с длиной поглощающего слоя 10 мм	
Весы аналитические ВЛА–200	ГОСТ 24.104—88Е
Меры массы	ГОСТ 7328—2001
Аспиратор, погрешность ± 7 %, модель 822	ТУ 64–1–862—82
Поглотительные приборы с пористой стеклянной пластинкой № 2	ТУ 25-11-1136—75
Колбы мерные, вместимостью 50, 100 и 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки, вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Стаканы химические стеклянные, вместимостью 30 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Делительные воронки, вместимостью 50 $см^3$	ГОСТ 29251—91.
Барометр–анероид М–67	ТУ 2504–1797—75
Секундомер; класс 3; цена деления секундной шкалы 0,2 с	ГОСТ 5072—79Е
Трубка резиновая полувакуумная, тип 1	ГОСТ 5496—57
Сушильный шкаф электрический общелабораторного назначения	ОСТ 16.0.801.397

5.2. Реактивы

Стандартный образец водного раствора селена (VI),	ГСО № 7340–96 ÷7342—96
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Аммиак, чда, ρ = 0,906 г/$см^3$	ГОСТ 3760—79
Гидроксид натрия, хч	ГОСТ 4328—77
3,3–диаминобензидин, ч	МРТУ–6–09–3655—67
Кислота муравьиная, (ρ = 1,220 г/$см^3$), чда	ГОСТ 5848—73
Кислота соляная (ρ = 1,185 г/$см^3$), хч	ГОСТ 3118—77
Крезоловый красный, индикатор, хч	ГОСТ 5849—74
Спирт н-бутиловый, чда	ГОСТ 6006—78
Калий йодистый, хч	ГОСТ 4232—74
Толуол, чда	ГОСТ 5789—78
Этилендиамин – N, N, N′, N′– тетрауксусной кислоты динатриевая соль (трилон Б), чда	ТУ 6–09–1956—77
Натрий хлористый, ч	ГОСТ 4233—77

Допускается применение иных средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов, обеспечивающих показатели точности, установленные для данной МВИ.

6. Требования безопасности

6.1. При выполнении измерений массовой концентрации гексафторида селена в воздухе рабочей зоны соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами ГОСТ 12.1.005—88.

6.2. Электробезопасность при работе с электрооборудованием – по ГОСТ 12.1.019—79

6.3. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—76.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим или среднеспециальным образованием, имеющие навыки работы на фотоэлектроколориметре.

8. Условия измерений

8.1. Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении 84,0—106,0 кПа и относительной влажности воздуха не более 80 %.

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

9. Подготовка к выполнению измерений

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

9.1. Подготовка посуды для отбора проб

Поглотительные приборы с пористой пластинкой № 2 перед выполнением работ по отбору проб воздуха обрабатывают хромовой смесью, тщательно промывают водопроводной водой, затем 3—4 раза дистиллированной водой. После чего вымытую посуду сушат в сушильном шкафу.

9.2. Приготовление растворов для анализа

9.2.1. *Основной стандартный раствор* гексафторида селена готовят соответствующим разбавлением дистиллированной водой ГСО до концентрации селена в растворе 10 и 1 мкг/см^3 в мерных колбах на 1 000 и 100 см^3 соответственно. Растворы устойчивы в течение 1 месяца при комнатной температуре.

9.2.2. *Поглотительный раствор.* В течение 30 мин встряхивают 100 см^3 н–бутилового спирта с 0,5 г йодида калия (хранить не более 7 дней в холодильнике, в темной посуде).

9.2.3. *Аммиак, водный раствор (1:1).* К 10 см^3 аммиака добавляют 10 см^3 дистиллированной воды.

9.2.4. *Гидроксид натрия, 1 %-й раствор.* Навеску гидроксида натрия 1 г растворяют в 70 см^3 дистиллированной воды и приливают 29 см^3 дистиллированной воды.

9.2.5. *3,3'–диаминобензидин, 0,5 %-й раствор.* Растворяют в 99,5 см^3 дистиллированной воды 0,5 г 3,3'–диаминобензидина. Готовят перед употреблением.

9.2.6. *Муравьиная кислота, раствор (1 : 9).* Смешивают 1 объем кислоты с 9 объемами дистиллированной воды.

9.2.7. *Крезоловый красный, 0,1 %-й раствор.* Растворяют в 20 см^3 1 %-го раствора гидроксида натрия 0,1 г индикатора. Объем доводят дистиллированной водой до 100 см^3.

9.2.8. *Трилон Б, 2,5 %-й раствор.* Растворяют в 20 см^3 дистиллированной воды 2,5 г трилона Б и приливают 77,5 см^3 дистиллированной воды.

9.2.9. *Натрий хлористый 5 %-й водный раствор.* Растворяют в 70 см^3 дистиллированной воды 5 г хлористого натра и приливают 25 см^3 дистиллированной воды.

9.3. Подготовка к работе фотоэлектроколориметра

Подготовка прибора к работе и оптимизацию условий измерений проводят в соответствии с рабочей инструкцией по эксплуатации прибора. Прибор должен быть поверен.

9.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности раствора от массы селена, устанавливают по пяти сериям растворов для градуировки. Каждую серию, состоящую из семи растворов, готовят из рабочих растворов селена (п. 9.2.1.).

Для этого рабочие растворы селена вносят в химические стаканы в количествах, указанных ниже в табл. 1. Далее выполняют анализ образцов для градуировки согласно п. 10.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации селена

Номера раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6	7
Объем рабочего раствора (1 мкг/см^3), см^3	0	0,5	1,0	–	–	–	–
Объем рабочего раствора (10 мкг/см^3), см^3	0	–	–	0,2	0,3	0,4	0,5
Объем 5 %-го раствора хлорида натрия, см^3	10	9,5	9,0	9,8	9,7	9,6	9,5
Масса селена в пробе, мкг	0	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0

Градуировочные растворы устойчивы в течение часа.

Приготовленные градуировочные растворы перемешивают и измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм при длине волны 420 нм.

Для уменьшения ошибки определения оптическую плотность каждого раствора и холостой пробы измеряют по отношению к дистиллированной воде. Затем вычисляют среднее значение оптической плотности для холостой пробы (№ 1) и каждого градуировочного раствора (№ 2—7). Вычитают из полученных средних значений оптической плотности растворов (№ 2—7) среднее значение оптической плотности холостой пробы.

По полученным данным строят градуировочный график: на ось ординат наносят средние значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс – соответствующие им величины содержания селена в градуировочном растворе (мкг) или рассчитывают уравнение регрессии методом наименьших квадратов:

$$Di = b \cdot Ci + a, \text{ где}$$

Di – оптическая плотность раствора;

Ci – концентрация ионов селена в фотометрируемом растворе, мкг/см^3;

b – коэффициент инструментальной чувствительности, численно равный тангенсу угла наклона градуировочной прямой.

Константа «а» при правильной постановке опыта статистически незначима, тогда уравнение примет вид:

$$Di = b \cdot Ci$$

9.4.1. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже одного раза в месяц или при смене реактивов. Средствами контроля являются вновь приготовленные образцы для градуировки (не менее 3 образцов из приведенных в табл. 1).

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого образца для градуировки следующего условия:

$$|X - C| < 1{,}96\ \sigma(\bar{\Delta}),$$ где:

X – результат контрольного измерения массовой концентрации селена в образце для градуировки;

C – аттестованное значение массовой концентрации ионов селена в образце для градуировки;

$\sigma(\bar{\Delta})$ – характеристика случайной составляющей погрешности.

Значение $\sigma(\bar{\Delta})$ приведено в п. 14.

Если условие стабильности градуировочной характеристики не выполняется только для одного образца для градуировки, необходимо выполнить повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую погрешность.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины нестабильности градуировочной характеристики и повторяют контроль ее стабильности с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики строят новый градуировочный график.

9.5. Отбор пробы воздуха

Для определения концентрации гексафторида селена исследуемый воздух аспирируют со скоростью 1 дм^3/мин, через два последовательно соединенных поглотительных прибора с пористыми пластинками № 2, содержащих по 8 см^3 поглотительного раствора. Для определения $^1/_2$ ПДК достаточно отобрать 5 дм^3 воздуха. Пробы можно хранить (в закупоренных поглотителях) в холодильнике не более 5 ч.

10. Выполнение измерения

При проведении измерения содержания гексафторида селена в воздухе рабочей зоны выполняют следующие операции.

Содержимое каждого поглотительного прибора переносят в делительные воронки емкостью 50 $см^3$. Каждый поглотительный прибор промывают 2 $см^3$ н–бутиловго спирта, насыщенного KJ, промывную жидкость сливают в соответственно пронумерованные делительные воронки. Реэкстракцию гексафторида селена проводят дважды 5 %-м раствором хлорида натрия по 5 $см^3$. Экстракт (нижний слой) собирают в химические стаканы на 30 $см^3$. Далее в стаканы добавляют по 2—3 капли крезолового красного, затем по 1 $см^3$ раствора Трилона Б и 2 $см^3$ муравьиной кислоты. Тщательно все перемешивают после добавления каждого реактива, а затем, если это необходимо (отсутствие желтого окрашивания раствора пробы), нейтрализуют аммиаком до появления желтой окраски (pH 2,0—3,0). Прибавляют по 2 $см^3$ 0,5 %-го раствора 3,3–диаминобензидина и оставляют на 30 мин в темном месте. По истечении этого времени растворы вновь нейтрализуют аммиаком до появления фиолетовой окраски (pH 7,0—8,0) и переносят в делительные воронки. В каждую воронку добавляют по 5 $см^3$ толуола и встряхивают в течение 1 мин. После разделения слоев элюат (нижний слой) сливают обратно в мерный стакан (или слив). Верхний слой – экстракт – сливают через ватный тампон или бумажный фильтр в пробирки. Готовят холостую пробу в соответствии с вышеизложенной последовательностью проведения химического анализа. При выполнении измерений определяют оптическую плотность холостой пробы относительно дистиллированной воды, а также оптическую плотность проб (толуола окрашенного в желтый цвет) при длине волны 420 нм, используя кюветы с расстоянием между рабочими гранями 10 мм.

Оптическую плотность рабочей пробы получают, вычитая из замеренной оптической плотности пробы значение оптической плотности холостой пробы. Содержание гексафторида селена определяют по градуировочному графику. Величина $D_{холост.}$ при рабочих измерениях не должна превышать величину $D_{холост.}$ при построении градуировочного графика. В противном случае производится проверка качества реактивов и дистиллированной воды.

11. Вычисление результатов измерений

Обработку результатов измерений при определении массовой концентрации гексафторида селена (С, мг/м^3) в воздухе проводят по формуле:

$$C = \frac{(m_1 + m_2) \cdot 2{,}443}{V_0}, \text{ где}$$

C – концентрация гексафторида селена в воздухе, мг/м^3;

m_1 – масса селена, найденная по калибровочной характеристике в первом поглотительном приборе, мкг;

m_2 – масса селена, найденная по калибровочной характеристике во втором поглотительном приборе, мкг;

2,443 – коэффициент пересчета Se на SeF_6;

V_o – объем воздуха, отобранного для анализа, приведенного к стандартным условиям.

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа гексафторида представляют в виде $(X \pm \Delta)$ мг/м^3, при доверительной вероятности $P = 0{,}95$.

13. Контроль погрешности методики КХА

13.1. Оперативный контроль воспроизводимости

Периодический контроль воспроизводимости проводят по стандартным образцам не реже одного раза в месяц, а также при возникновении сомнений в правильности измерений, при аттестации и контроле операторов, лабораторий и в других подобных случаях. Расхождение между результатами измерений и аттестованными значениями массовой доли селена в стандартных образцах не должны отличаться друг от друга на величину допускаемых расхождений между результатами анализа:

$$(X_1 - X_2) \le D, \text{ где}$$

X_1 – результат анализа рабочей пробы;

X_2 – результат анализа, полученный другим аналитиком с использованием другого набора мерной посуды и других партий реактивов;

D – норматив оперативного контроля воспроизводимости (допускаемые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы).

Выбор значения D проводят по значениям $X = (X_1 + X_2) / 2$.

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива D выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Таблица 2

Значения нормативов оперативного контроля случайной составляющей погрешности (сходимости и воспроизводимости)

Диапазон определяемых концентраций, мг/м^3	Наименование метрологической характеристики	
	Норматив оперативного контроля воспроизводимости, D, %, (P = 0,95)	Норматив оперативного контроля сходимости, d, %, (P = 0,95)
0,1—1,0	18	12

13.2. Оперативный контроль погрешности

Оперативный контроль погрешности выполняют в одной серии КХА рабочих проб. Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха рабочей зоны. Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Отобранный объем делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы – C_1. Вторую часть разбавляют соответствующим растворителем в два раза и снова делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, – C_2. Во вторую часть делают добавку анализируемого компонента (X) до массовой концентрации исходной рабочей пробы (C_1) (общая концентрация не должна превышать верхнюю границу диапазона измерения) и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой – C_3. Результаты анализа исходной рабочей пробы – C_1, рабочей пробы, разбавленной в два раза, – C_2 и рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой – C_3 получают по возможности в одинаковых условиях (выполняет один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.).

Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия:

$$|C_3 - C_2 - X| + |2C_2 - C_1| \cdot 0{,}01K \cdot C_1,$$ где

C_1 – результат анализа рабочей пробы;

C_2 – результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза;

C_3 – результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой анализируемого компонента;

X – величина добавки анализируемого компонента;

K – норматив оперативного контроля погрешности.

Норматив оперативного контроля погрешности во всем диапазоне определяемых концентраций рассчитывают по формулам:

при проведении внутрилабораторного контроля ($P = 0{,}90$)

$$K = 0.84\sqrt{\Delta_{C_3}{}^2 + \Delta_{C_2}{}^2 + \Delta_{C_1}{}^2};$$

при проведении внешнего контроля (P = 0,95)

$$K = \sqrt{\Delta_{C_3}{}^2 + \Delta_{C_2}{}^2 + \Delta_{C_1}{}^2};$$

Δ_{C3}; Δ_{C2}; Δ_{C1} – характеристика погрешности, соответствующая вышеперечисленным пробам.

14. Погрешности измерения концентрации гексафторида селена

Расчетным путем были получены данные о погрешностях результатов измерений:

случайная составляющая погрешности измерения – $\sigma(\overline{\Delta}) = 12$ %;

неисключаемая систематическая погрешность – $\Delta_c = 18{,}15$ %;

суммарная погрешность измерения $\Delta = 22$ %.

15. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 7 проб требуется 2 ч.

Методические указания разработаны Институтом биофизики (филиал № 5) (О. В. Горбунова).

Приложение 1

Приведение объема воздуха к стандартным условиям

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 20 °С и давление 101,33 кПа) проводят по формуле:

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

V_t – объем воздуха, отобранного 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 расчета 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° C	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.
1. Димезон S	74
2. Индометацин	170
3. Имипротрин	97
4. Метомил	138
5. Метсульфурон-метил	146
6. Мирамистин	80
7. Ортофталевый альдегид	21
8. Пероксигидрат фторида калия	113
9. Перфтор-2-метил-3-окса-октановая кислота	162
10. Сульфенамид Т	88
11. Супражил $^{MNS}/_{90}$	121
12. Супражил WP	37
13. Тетраацетилэтилендиамин	29
14. Трибенуронметил	154
15. Хладон 227-еа	64
16. Цетилпиридиний хлорид моногидрат	45
17. Циклобутанкарбонитрил	129
18. Щавелевая кислота дигидрат	178
19. Этиленмочевина	105

gost.e-ecolog.ru