Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний МУК 4.1.2975—4.1.2981—12

Выпуск 53

Издание официальное

Москва • 2012

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.2975—4.1.2981—12

Выпуск 53

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2012.—88 с.

ISBN 978—5—7508—1107—6

1. Методические указания разработаны Учреждением Российской академии медицинских наук «Научно-исследовательский институт медицины труда» РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Н. С. Горячев, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Н. Л. Полуэктова).

2. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 21 февраля 2012 г.

3. Введены в действие с 21 февраля 2012 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Редактор Л. С. Кучурова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 2.10.12

Формат 60x88/16 Печ. л. 5,5

Тираж 200 экз. Заказ 54

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, 2012
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2012

Содержание

Введение 4
Измерение массовой концентрации [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида в воздухе рабочей зоны турбидиметрическим методом: МУК 4.1.2975—12 5
Измерение массовой концентрации 2,7-бис-[2-(диэтиламино)этокси]-9Н-флуорен-9-она дигидрохлорида (амиксин, тилорон, тилаксин) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2976—12 16
Измерение массовых концентраций бутан-1-ола (бутанола), бутилпроп-2-еноата (бутилакрилата), метанола, метилпроп-2-еноата (метилакрилата), проп-2-ен-1-аля (акролеина), проп-2-еновой (акриловой) кислоты и этилпроп-2-еноата (этилакрилата) в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом: МУК 4.1.2977—12 27
Измерение массовой концентрации 1,4-диазабицикло [2,2,2] октана (триэтилендиамина) в воздухе рабочей зоны методом фотометрии: МУК 4.1.2978—12 43
Измерение массовой концентрации (Е)-N-(6,6-диметил-2-гептен-4-инил)-N-метил-1-нафталенметанамина гидрохлорида (тербинафина гидрохлорид, тербинафин, микотербин, ламизил) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии): МУК 4.1.2979—12 55
Измерение массовой концентрации магния дигидроксида в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2980—12 65
Измерение массовой концентрации пустырника экстракта сухого в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2981—12 77
Приложение 1. Приведение объёма воздуха к стандартным условиям 86
Приложение 2. Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям 87
Приложение 3. Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ 88

Введение

Сборник методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 53) 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 надзора (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» с изм. 1, ГОСТ Р 8.563—09 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений», 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 центров гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов и других заинтересованных организаций.

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
21 февраля 2012 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовой концентрации 1,4-диазабицикло [2,2,2] октана (триэтилендиамина) в воздухе рабочей зоны методом фотометрии

Методические указания МУК 4.1.2978—12

1. Общие положения

Настоящие методические указания устанавливают количественную фотометрическую методику анализа воздуха рабочей зоны на содержание триэтилендиамина в диапазоне массовых концентраций 0,5—20 мг/м^3.

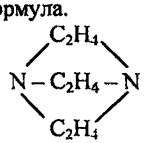
Погрешности измерений соответствуют характеристикам, приведенным в табл. 1 и 2.

Методические указания аттестованы в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563—09 и ГОСТ Р ИСО 5725—02.

Аттестация МВИ проведена во ФГУ «Нижегородский центр стандартизации, метрологии и сертификации». Свидетельство № 611/1700 от 18.04.2008.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула.



2.2. Эмпирическая формула $C_6H_{12}N_2$.

2.3. Молекулярная масса – 112,18.

2.4. Регистрационный номер CAS 280-57-9.

2.5. Физико-химические свойства.

Триэтилендиамин – белый кристаллический порошок; температура кипения 174 °С, хорошо растворим в воде, спирте, бензоле, этилацетате.

В воздухе находится в виде паров.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Триэтилендиамин – малотоксичное соединение со слабо выраженными кумулятивными свойствами. Наиболее поражаемыми являются нервная система, печень. При нанесении на кожу вызывает местные и резорбтивные раздражения.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны – 1 мг/м^3, класс опасности – 2.

3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностями, не превышающими значений, приведенных в табл. 1 и 2.

Таблица 1

Приписанные характеристики погрешности МВИ и ее составляющих при доверительной вероятности 0,95

Диапазон измеряемых массовых концентраций триэтилендиамина, мг/м^3	Показатель повторяемости (среднего квадратического отклонения повторяемости), $\sigma_r(\Delta)$, % отн.	Показатель воспроизводимости (среднего квадратического отклонения воспроизводимости), $\sigma_R(\Delta)$, % отн.	Показатель правильности (границы, в которых находится неисключенная систематическая погрешность методики), $\pm\Delta_c$, % отн.	Показатель точности ($P = 0,95$), $\pm\Delta$, % отн.
0,5—20	5,8	8,1	18.0	24

Таблица 2

Диапазон измерений значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности 0,95

Диапазон измеряемых массовых концентраций триэтилендиамина, мг/м^3	Предел повторяемости (для двух результатов параллельных определений), r, % отн.	Предел воспроизводимости, (для двух результатов анализа), R, % отн.
от 0,5 до 20	16	22

4. Метод измерения

Измерение массовой концентрации триэтилендиамина выполняют методом фотометрии.

Метод определения основан на окислении триэтилендиамина до N-хлорпроизводного соединения и взаимодействии последнего с йодидом калия с образованием окрашенного в синий цвет йодкрахмального комплекса. Измерение проводят при длине волны 590 нм.

Нижний предел измерения содержания триэтилендиамина в анализируемом объеме пробы – 0,5 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации в воздухе 0,5 мг/м^3 при отборе 2 дм^3 воздуха.

Отбор проб проводят концентрированием в поглотительный прибор с пористой пластинкой, содержащий 6 %-й раствор гидрокарбоната натрия.

Метод разработан для производств пенополиуретанов (ППУ).

Измерению не мешают толуилендиизоцианат, 4,4-дифенилметандиизоцианат; мешают измерению жирные амины и аминоспирты.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства

Фотоэлектроколориметр КФК 2	ТУ 3-3.ЭД1-1766—83
Весы лабораторные, класс точности специальный, дискретность 0,1 мг, НПВ 210 г, НмПВ–0,01 г	ГОСТ 24104—2001
Секундомер	ТУ 25-1894.003—90
Пипетки 1-1-2-1; 1-1-2-2; 1-1-2-5	ГОСТ 29227—91
Пробирки П-2-10-14/23 ХС	ГОСТ 1770—74
Колбы мерные 2-50-2; 2-200-2; 2-500-2	ГОСТ 1770—74 ГОСТ 25336—82
Колбы конические Кн-1-100-14/23 ТС	ТУ 25.11-1136—75
Поглотительные приборы с пористой пластинкой	ГОСТ 29252—91
Бюретка вместимостью 25 см^3	ТУ 4215-000-11696625—2003 Гос. реестр средств измерений № 14531—03
Аспиратор для отбора проб воздуха, типа ПУ-4Э	

5.2. Реактивы

Триэтилендиамин с содержанием основного вещества 97 %	ТУ 6-09-4234—77
Калий йодистый, хч	ГОСТ 4232—74

Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Вода бидистиллированная	
Гипохлорит натрия, марка А	ГОСТ 11086—76
Натрий гидрокарбонат, чда	ГОСТ 4201—79
Натрий азотисто-кислый, хч	ГОСТ 4197—74
Натрий серноватисто-кислый 5-водный ($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$) стандарт-титр	ТУ 2642-001-33813273—97
Крахмал водорастворимый	ГОСТ 10163—76
Кислота уксусная, ледяная, хч	ГОСТ 61—75 измен. 3

Примечание. Допускается применение других средств измерений, реактивов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже указанных.

6. Требования безопасности

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

6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ должны соблюдаться меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91.

6.3. При выполнении измерений с использованием фотоэлектроколориметра соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—09 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 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 полученных результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или специальное химическое образование или опыт работы в химической лаборатории и владеющие техникой фотометрического анализа, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности анализа.

8. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

8.1. Процедуры приготовления растворов и подготовку проб проводят при температуре окружающего воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном

давлении в диапазоне 84—106 кПа и относительной влажности воздуха не более 80 %;

8.2. Выполнение измерений на фотоэлектроколориметре проводят в условиях, рекомендуемых в технической документации на прибор.

9. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовка прибора, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Основной стандартный раствор триэтилендиамина с массовой концентрацией 500 мкг/см^3 готовят растворением (0,0258 ± 0,0001) г вещества в 6 %-м растворе гидрокарбоната натрия в мерной колбе вместимостью 50 см^3.

Раствор устойчив в течение 5 суток.

9.1.2. Стандартный раствор триэтилендиамина № 1, с массовой концентрацией 10 мкг/см^3, готовят разведением 1 см^3 основного стандартного раствора 6 %-м раствором гидрокарбоната натрия в мерной колбе вместимостью 50 см^3. Раствор устойчив 5 суток.

9.1.3. Йодид – крахмальный раствор готовят растворением (0,3 ± 0,01) г крахмала в 20 см^3 бидистиллированной воды, затем вливают 80 см^3 кипящей бидистиллированной воды, прибавляют через 15 мин (1 ± 0,01) г йодистого калия и кипятят раствор 5 мин. Остывший раствор доводят до 100 см^3 бидистиллированной водой. Раствор устойчив в течение 6 суток при хранении в темном месте.

9.1.4. Раствор 6 %-й гидрокарбоната натрия готовят растворением (30 ± 0,01) г вещества в 470 см^3 бидистиллированной воды.

9.1.5. Раствор 0,5 %-й крахмала водорастворимого готовят растворением (0,5 ± 0,01) г крахмала в 19,5 см^3 бидистиллированной воды, затем вливают в 80 см^3 кипящей бидистиллированной воды, перемешивают и охлаждают.

9.1.6. Раствор 5 %-й азотисто-кислого натрия готовят растворением (10 ± 0,01) г азотисто-кислого натрия в 190 см^3 бидистиллированной воды.

9.1.7. Раствор 0,2 Н серноватисто-кислого натрия готовят из стандарт-титров. Перед применением стандарт-титров снимают надпись с ампулы и промывают наружную поверхность ампулы дистиллированной водой. В мерную колбу вместимостью 1 000 см^3 вставляют обыкновенную воронку диаметром 9—10 см. В торце ампулы пробивают отверстие с помощью стеклянного бойка (гладкого или фигурного). Перевернув ампулу, содержимое переносят в колбу через воронку. Затем ампулу

промывают дистиллированной водой. Промывные воды переносят через воронку в мерную колбу. Для получения 0,2 Н раствора серноватисто-кислого натрия в одну мерную колбу вместимостью 1 000 см^3 переносят содержимое двух ампул. После растворения содержимого ампул объем жидкости доводят до метки и тщательно перемешивают раствор.

9.1.8. Определение массовой концентрации активного хлора в гипохлорите натрия.

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 помещают 1 см^3 гипохлорита натрия, приливают 5 см^3 ледяной уксусной кислоты и добавляют (1 ± 0,01) г йодистого калия. Выделившийся йод титруют 0,2 Н раствором серноватисто-кислого натрия до слабо-желтой окраски, затем добавляют 1 см^3 0,5 %-го раствора крахмала и титруют до обесцвечивания раствора. Массовую концентрацию активного хлора вычисляют по формуле:

$$C = \frac{(a-в)\cdot 35,45\cdot H}{V}, \text{ где}$$

C – массовая концентрация активного хлора, г/дм^3;

a – объем серноватисто-кислого натрия, затраченный на титрование пробы, см^3;

$в$ – объем серноватисто-кислого натрия, затраченный на титрование в холостой пробе, см^3;

H – нормальность раствора серноватисто-кислого натрия;

35,45 – атомный вес хлора;

V – объем пробы, взятый для анализа, см^3.

Раствор устойчив 6 месяцев в холодильнике.

9.1.9. Приготовление рабочего раствора гипохлорита натрия с содержанием активного хлора 5 г/дм^3.

Рабочий раствор гипохлорита натрия, содержащий 5 г/дм^3 активного хлора, готовят из гипохлорита натрия с установленной по п. 9.1.8 массовой концентрацией активного хлора (C). Для приготовления 50 см^3 рабочего раствора необходимо 0.25 г активного хлора. Объем раствора гипохлорита (V) рассчитывается, исходя из установленной по п. 9.1.8 массовой концентрации активного хлора по формуле:

$$V = \frac{0,25}{C}, \text{ где}$$

C – массовая концентрация активного хлора в гипохлорите натрия, г/дм^3;

V – объем гипохлорита натрия, необходимый для приготовления рабочего раствора с содержанием 5 г/дм^3, дм^3.

Рассчитанное количество гипохлорита натрия вносят в мерную колбу вместимостью 50 $см^3$ и доводят объем жидкости до метки бидистиллированной водой. Используют свежеприготовленный раствор.

9.2. Установление и контроль стабильности градуировочной характеристики

9.2.1. Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности раствора от содержания триэтилендиамина, устанавливают по 6 сериям растворов из пяти параллельных определений для каждой серии согласно табл. 3.

Каждую серию, состоящую из пяти параллельных определений, готовят в мерных пробирках вместимостью 10 $см^3$ с применением пипеток вместимостью 1, 2 и 5 $см^3$ в соответствии с табл. 3 и анализируют отдельно.

Таблица 3

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении триэтилендиамина

Номер раствора для градуировки	Объем рабочего стандартного раствора триэтилендиамина № 1 с массовой концентрацией 10 мкг/$см^3$, $см^3$	Объем 6 %-го раствора гидрокарбоната натрия, $см^3$	Содержание триэтилендиамина в градуировочном растворе, мкг
1	0,0	2,5	0,0
2	0,05	2,45	0,5
3	0,1	2,4	1,0
4	0,25	2,25	2,5
5	0,5	2,0	5,0
6	1,0	1,5	10
7	2,0	0,5	20

Во все пробирки вносят 1 $см^3$ раствора гипохлорита натрия, содержащего 5 г/$дм^3$ активного хлора, перемешивают и добавляют 1 $см^3$ 5 %-го раствора азотисто-кислого натрия и после энергичного перемешивания, чтобы на стенках пробирок не осталось капель непрореагировавшего раствора гипохлорита натрия, выдерживают в течение 30 мин. Затем добавляют 1 $см^3$ йодид-крахмального раствора и через 5 мин окрашенные в синий цвет растворы фотометрируют в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 590 нм относительно раствора сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробам, но без добавления определяемого вещества.

По полученным данным устанавливают градуировочную характеристику: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс – соответствующие им массы триэтилендиамина в градуировочных растворах (мкг). Окрашенные растворы устойчивы 25 мин.

9.2.2. Контроль стабильности градуировочной характеристики.

Контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляют путем сравнения данных о массах триэтилендиамина, полученных с помощью градуировочной характеристики, с реальными массами триэтилендиамина в контрольном растворе.

Для контроля стабильности градуировочной характеристики готовят 3 контрольных раствора с массой триэтилендиамина, относящейся к началу, середине и концу градуировочной характеристики.

Проводят измерение массы триэтилендиамина с помощью градуировочной характеристики. Измеренное таким образом значение массы сравнивают с реальным значением массы триэтилендиамина в контрольном растворе.

Стабильность градуировочной характеристики считают удовлетворительной, если для каждой контрольной точки выполняется следующее неравенство:

$$\left|\frac{m_r - m_{гр}}{m_r}\right| \cdot 100 \leq K_c, \text{ где}$$

m_r – реальная масса триэтилендиамина в контрольном растворе по процедуре приготовления, мкг;

$m_{гр}$ – масса триэтилендиамина, полученная с помощью градуировочной характеристики;

K_c – норматив контроля стабильности градуировочной характеристики: K_c = 15 % отн.

Контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляется не реже одного раза в 3 месяца или в случае смены реактивов, оборудования и после ремонта или поверки приборов. Градуировочная характеристика считается стабильной, если отклонение не превышает $\pm K_c$. Если условие не выполняется, эксперимент повторяют. Если результат повторного сравнения неудовлетворительный, то выясняют причины, приводящие к получению неудовлетворительных результатов контроля, и устраняют их. В случае невозможности устранения причин, приводящих к превышению норматива градуировочной характеристики, градуировочную характеристику устанавливают вновь.

9.3. Отбор проб воздуха

Отбор проб следует проводить с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 и Р 2.2.2006—05 (прилож. 9 обязательное) «Общие методические требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны», п. 2 «Контроль соответствия максимальным ПДК». Одновременно отбирают две параллельные пробы.

Воздух с объемным расходом 0,5 дм^3/мин аспирируют через поглотительный прибор с пористой пластинкой, содержащий 5 см^3 6 %-го раствора гидрокарбоната натрия.

Для измерения массовых концентраций триэтилендиамина на уровне ½ ПДК необходимо отобрать 2 дм^3 воздуха.

Отобранные пробы сохраняются в холодильнике в течение суток.

10. Выполнение измерений

10.1. Содержимое поглотительного прибора переносят в пробирку и доводят поглотительным раствором содержимое в пробирке до 5 см^3.

10.2. На анализ отбирают 2,5 см^3 пробы, вносят 1 см^3 гипохлорита натрия, содержащего 5 г/дм^3 активного хлора, энергично перемешивают, добавляют 1 см^3 5 %-го раствора азотисто-кислого натрия и после энергичного перемешивания выдерживают 30 мин. Затем добавляют 1 см^3 йодид-крахмального раствора, перемешивают и через 5 мин окрашенные в синий цвет растворы фотометрируют в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 590 нм относительно раствора сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробам, но без добавления определяемого вещества. Окрашенные растворы устойчивы 25 мин.

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию триэтилендиамина (C, мг/м^3) в воздухе рабочей зоны вычисляют по формуле:

$$C = \frac{а \cdot в}{б \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

$а$ – масса триэтилендиамина, найденная по градуировочной характеристике, мкг;

$в$ – общий объем раствора пробы, см^3;

$б$ – объем раствора, взятый для анализа, см^3;

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

12. Оформление результатов

За результат анализа (C, мг/м^3) принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, если выполняется следующее неравенство:

$$\frac{x_{max} - x_{min}}{C} \cdot 100 \leq r \text{, где}$$

x_{max}, x_{min} – максимальный и минимальный результат параллельных определений;

$C = \frac{x_{max} + x_{min}}{2}$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений;

r – предел повторяемости (допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений).

Значение предела повторяемости представлено в табл. 2.

Результат количественного химического анализа представляют в виде:

$$C \pm \Delta_{абс}, \text{ мг/м}^3, \text{ при } P = 0{,}95, \text{ где}$$

$\Delta_{абс}$ – абсолютная приписанная характеристика погрешности, $\Delta_{абс} = \frac{\Delta}{100} \cdot C$, где

Δ – приписанная характеристика погрешности (табл. 1).

При превышении предела повторяемости определение повторяют. При повторном превышении указанного норматива анализ прекращают до выяснения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам контроля, и устранения их.

В случае, если массовая концентрация триэтилендиамина в воздухе рабочей зоны ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят запись в журнале: «Массовая концентрация триэтилендиамина в воздухе рабочей зоны менее 0,5 мг/м^3 (более 20 мг/м^3)».

13. Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов анализа включает: оперативный контроль повторяемости, оперативный контроль внутрилабораторной прецизионности и оперативный контроль погрешности с применением метода разбавления пробы.

Периодичность контроля анализа, а также рекомендуемые процедуры контроля стабильности результатов анализа устанавливают в Руководстве по качеству лаборатории в соответствии с РМГ 76—2004 и ГОСТ Р ИСО 5725—2002 (ч. 1—6).

13.1. Оперативный контроль повторяемости

Контроль повторяемости параллельных определений триэтилендиамина осуществляют при каждом выполнении процедуры анализа.

Оперативный контроль повторяемости проводят путем сравнения расхождения параллельных определений триэтилендиамина с пределом повторяемости по формуле:

$$C_{max} - C_{min} \le \left| \frac{C_{max} + C_{min}}{200} \right| \cdot r \text{, где}$$

C_{max} и C_{min} – максимальный и минимальный результат параллельных определений;

r – предел повторяемости (допускаемое расхождение между результатами параллельных определений).

Значение предела повторяемости r представлено в табл. 2.

При превышении предела повторяемости могут быть использованы методы проверки приемлемости результатов параллельных определений и установления окончательного результата согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725—2002 (ч. 1—6).

13.2. Контроль внутрилабораторной прецизионности

Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха рабочей зоны.

Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. После отбора пробы поглотительный раствор делят на две равные части и анализируют в точном соответствии с прописью методики разными аналитиками, используя при этом разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов.

Внутрилабораторную прецизионность результатов измерений считают удовлетворительной, если расхождение между результатами анализа, полученными в лаборатории, не превышает предел внутрилабораторной прецизионности $R_л = 0{,}84\ R$:

$$C_{max} - C_{min} \le \left| \frac{C_{max} + C_{min}}{200} \right| \cdot R \text{, где}$$

C_{max}, C_{min} – максимальный и минимальный результат анализа при контроле внутрилабораторной прецизионности;

$(C_{max} - C_{min})$ – фактическое расхождение между результатами;

R – предел воспроизводимости, приведенный в табл. 2.

13.3. Оперативный контроль погрешности с применением метода разбавления пробы

Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха рабочей зоны. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. После отбора пробы поглотительный раствор делят на две равные части, одну часть анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа рабочей пробы. Вторую часть разбавляют поглотительным раствором в два раза и снова делят на две равные части. Одну из них анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в 2 раза.

Результат контрольной процедуры $K_к$ рассчитывают по формуле:

$$K_к = 2x - \bar{x}, \text{ где}$$

x – среднеарифметическое значение результатов параллельных определений триэтилендиамина в рабочей пробе, разбавленной в 2 раза;

$\bar{x}$ – среднеарифметическое значение результатов параллельных определений триэтилендиамина в рабочей пробе.

Норматив контроля K рассчитывают по формуле:

$$K = \sqrt{2^2 \cdot \Delta_x^2 + \Delta_{\bar{x}}^2}, \quad K = \Delta\sqrt{5} = 2{,}24 \cdot \Delta, \text{ где}$$

$\pm\Delta_x$; $(\pm\Delta_{\bar{x}})$ – значения характеристик погрешности результатов анализа, соответствующие содержанию компонента в разбавленной пробе (рабочей пробе).

Если результат контрольной процедуры удовлетворяет условию $|K_к| \le K$, процедуру анализа признают удовлетворительной.

При невыполнении данного условия контрольную процедуру повторяют. При повторном невыполнении этого условия выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и принимают меры по их устранению.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 10 проб требуется – 1 ч 20 мин.

Методические указания разработаны ФГУН «Нижегородский НИИ гигиены и профессиональной патологии» (Л. В. Мельникова, Н. А. Пигарёва).

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° 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.

Акриловая кислота 27
Акролеин 27
Амиксин 16
Бутанол 27
Бутилакрилат 27
Ламизил 55
Метилакрилат 27
Микотербин 55
Тербинафин 55
Тербинафина гидрохлорид 55
Тилаксин 16
Тилорон 16
Триэтилендиамин 43
Этилакрилат 27

gost.e-ecolog.ru