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 [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида в воздухе рабочей зоны турбидиметрическим методом

Методические указания
МУК 4.1.2975—12

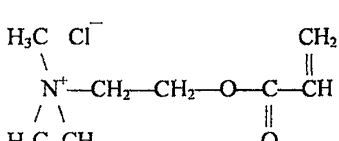
1. Общие положения

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида в воздухе рабочей зоны турбидиметрическим методом в диапазоне массовой концентрации от 1,5 до 15,0 мг/м^3. Погрешности измерений соответствуют характеристикам, приведенным в табл. 1.

Методика аттестована в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563—09, ГОСТ Р ИСО 5725—2002. Свидетельство о государственной метрологической аттестации выдано ФГУП Всероссийским научно-исследовательским институтом метрологической службы Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (№ 01.00225/205-25—11 от 25.04.2011).

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула $C_8H_{16}O_2NCl$.

2.3. Молекулярная масса 193,67.

2.4. Регистрационный номер CAS 44992-01-0.

2.5. Физико-химические свойства.

[2-(Акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорид – прозрачная бесцветная жидкость, с выраженным специфическим запахом, удельный вес 1,132 г/см^3, хорошо растворим в воде, этаноле.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика.

[2-(Акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорид обладает общетоксическим действием.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида в воздухе рабочей зоны 3,0 мг/м^3.

3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

При соблюдении всех регламентных условий и проведении анализа в точном соответствии с прописью методика обеспечивает выполнение измерений массовых концентраций [2-(акрилоилокси)этил]триметиламония хлорида с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, представленных в табл. 1 (при доверительной вероятности P = 0,95).

Таблица 1

Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Диапазон измерений массовой концентрации [2-(акрилоилокси)-этил]триметиламмония хлорида, 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 1,5 до 3,0 вкл.	20	6	9	17	22
От 3.0 до 6.0 вкл	12	3	5	8	12,5
От 6,0 до 15,0 вкл	8	1.5	3	4	8

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида выполняют турбидиметрическим методом.

Метод основан на измерении ослабления интенсивности светового потока дисперсной фазой (хлоридом серебра) образованного при взаимодействии [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида с нитратом серебра в кислой среде.

Измерение проводят при длине волны 365 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр АФА-ХА-20

Нижний предел измерений содержания [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида в анализируемом объеме пробы – 40 мкг.

Нижний предел измерений массовой концентрации [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида в воздухе 1,5 мг/м^3 (при отборе 26,6 дм^3 воздуха).

Измерению не мешают акриламид, серная и муравьиная кислоты, эфиры акриловой кислоты.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Спектрофотометр марки СФ-26, предел допускаемого значения абсолютной погрешности ± 1 %, рабочий диапазон длин волн 190—1 100 нм	ГОСТ 15150—79
Аспирационное устройство ПУ 4Э ЗАО «Химко» № 14531-03 в Государственном реестре средств измерений	
Весы лабораторные общего назначения модели ВЛР-200 с наибольшим пределом взвешивания 200 г	ГОСТ 24104—01, Госреестр № 19874-02
Меры массы (гири, набор) (1—100 г)	ГОСТ 7328—01
Колбы мерные, 2-25-2; 2-100-2	ГОСТ 1770—74
Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2, 1-2-2-5, 1-2-2-10	ГОСТ 29227—91
Пробирки с притертыми пробками, П-2-10-14/23 ХС	ГОСТ 1770—74
Кюветы кварцевые с толщиной оптического слоя 10 мм	

Фильтродержатель	ТУ 95-72-05—77
Бюксы $^{50}/_{30}$	ГОСТ 25336—82
Палочки стеклянные	ГОСТ 25336—82
Ультразвуковая ванна фирмы «Elma», модель LC-20/H	
Фильтры АФА-ХА-20,	ТУ 95-1892—89
Микрошприц фирмы «Hamilton» вместимостью 50 мм^3	

5.2. Реактивы

[2-(Акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорид (80 %-й раствор в воде), СОП	
Вода, осч	ТУ 6-09-2502—77
Азотная кислота, хч (d = 1,40)	ГОСТ 4461—77
Нитрат серебра, хч	ГОСТ 1277—75

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

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, 12.1.005—88.

6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ соблюдают требования противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91. Должны быть в наличии средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90. Необходимо провести обучение работающих правилам безопасности труда согласно ГОСТ 12.4.009—90.

6.3. При выполнении измерений с использованием спектрофотометра 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.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, имеющие высшее или специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедшие обучение и владеющие

техникой спектрофотометрического анализа, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при проведении процедур контроля погрешности анализа.

8. Условия измерений

8.1. Процессы приготовления растворов и подготовку проб к анализу проводят в стандартных условиях при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении 84—106 кПа и относительной влажности 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 особо чистой водой и сушат в сушильном шкафу. Чистую посуду для анализа хранят в закрытом виде.

9.2. Приготовление растворов

9.2.1. Основной стандартный раствор [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида готовят следующим образом: во взвешенную мерную колбу вместимостью 25 см^3 с 5 см^3 особо чистой воды добавляют 5—8 капель 80 %-го раствора [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида и снова взвешивают. Объем в колбе доводят до метки особо чистой водой. По разности двух взвешиваний вычисляют навеску вещества и рассчитывают массовую концентрацию полученного раствора X, мг/см^3, по формуле:

$$X = \frac{m \times 10^3 \times K}{V}, \text{ где} \qquad (1)$$

m – навеска 80 %-го раствора [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида, г;

10^3 – коэффициент пересчета на мг;

V – объем используемой мерной колбы, см^3;

K – массовая доля основного вещества в представленном образце 80 %-го раствора [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида.

Раствор устойчив в течение недели.

9.2.2. Рабочий стандартный раствор N1 с массовой концентрацией [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида 50,0 мг/см^3 (C_1) готовят разведением основного стандартного раствора особо чистой водой в мерной колбе вместимостью 25 см^3. Объем основного стандартного раствора (V, см^3), необходимый для приготовления рабочего стандартного раствора № 1 рассчитывают по формуле:

$$V = \frac{C_1 \times V_K}{X}, \text{ где} \qquad (2)$$

X – массовая концентрация [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида в основном стандартном растворе, мг/см^3;

V_K – объем мерной колбы, $V_K = 25$ см^3;

C_1 – рабочий стандартный раствор № 1 с массовой концентрацией [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида 50,0 мг/см^3.

Раствор устойчив в течение недели.

9.2.3. Рабочие стандартные растворы [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида № 2, 3, 4, 5, 6 и 7 с массовой концентрацией 2,0; 2,5; 5,0, 10,0; 15,0 и 20,0 мг/см^3 готовят разбавлением 1,0; 1,25; 2,5; 5,0; 7,5 и 10,0 см^3 рабочего стандартного раствора № 1 особо чистой водой в мерных колбах вместимостью 25 см^3.

Растворы устойчивы в течение недели.

9.2.4. Нитрат серебра 1 %-й раствор готовят следующим образом: 1,0 г нитрата серебра растворяют в 99 см^3 особо чистой воды в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Приготовленный раствор хранят в темной склянке. Раствор устойчив в течение 3 месяцев.

9.2.5. Азотная кислота 10 %-й раствор готовят следующим образом: 11,2 см^3 концентрированной азотной кислоты (уд. вес 1,40) приливают к 88,8 см^3 особо чистой воды в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Раствор устойчив 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 [2-(акрилоилокси)этил]триметил-

аммония хлорида устанавливают по 6 сериям растворов из 5 параллельных определений для каждой серии согласно табл. 2 следующим образом: на фильтры АФА-ХА-20, помещенные в бюксы, наносят с помощью микрошприца по 20 мм^3 градуировочных растворов с массовой концентрацией 20,0, 15,0, 10,0, 5,0, 2,5 и 2,0 мг/см^3, что соответствует 400, 300, 200, 100, 50 и 40 мкг [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида.

Фильтр в бюксе заливают 5,0 см^3 особо чистой воды и помещают в ультразвуковую ванну на 10 мин.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида

Номер градуировочного раствора	Объем и номер рабочих стандартных растворов [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида, см^3	Объем особо чистой воды, см^3	Содержание [2-акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида в градуировочном растворе, мкг
1	0	5,0	0
2	20 мм^3, раствор № 2	5,0	40
3	20 мм^3, раствор № 3	5,0	50
4	20 мм^3, раствор № 4	5,0	100
5	20 мм^3, раствор № 5	5,0	200
6	20 мм^3, раствор № 6	5,0	300
7	20 мм^3, раствор № 7	5,0	400

После ультразвуковой ванны фильтры отжимают, растворы переносят в колориметрические пробирки, объемы доводят до 5,0 см^3 особо чистой водой.

В подготовленные градуировочные растворы добавляют по 1,0 см^3 10 %-й азотной кислоты и по 1,0 см^3 1 %-го раствора нитрата серебра. После каждого добавления реактива раствор перемешивают. Аналогично обрабатывается чистый фильтр АФА-ХА-20.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 365 нм в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида (раствор № 1 по табл. 1).

Градуировочные растворы устойчивы 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 1 раза в три месяца, а также при смене реактивов или изменении условий анализа. Один раз в год градуировочную характеристику устанавливают заново.

Для контроля стабильности используют вновь приготовленные градуировочные растворы с массовой концентрацией [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида в начале, середине и конце диапазона измерений и анализируют в точном соответствии с прописью методики.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для каждого контрольного образца выполняется условие:

$$\frac{\left|D_{изм} - D_{гр}\right| \cdot 100}{D_{гр}} \le K_{гр}, \text{ где} \qquad (3)$$

$D_{изм}$, $D_{гр}$ – значение оптической плотности образца 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 выполняют повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую ошибку.

Если градуировка не стабильна, выясняют причины нестабильности и повторяют контроль стабильности с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировки прибор градуируют заново.

9.6. Отбор пробы воздуха

Отбор проб проводят с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и Руководства Р 2.2.2006—05 (прилож. 9) «Общие методические требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны», раздел 2 – контроль соответствия максимальным ПДК. Одновременно отбирают две параллельные пробы.

Воздух с объемным расходом 5 дм^3/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА-20, помещенный в фильтродержатель.

Для измерения ½ ОБУВ [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида необходимо отобрать 26,6 дм^3 воздуха. Отобранные пробы анализируют в день отбора проб.

10. Выполнение измерений

После отбора пробы фильтр обрабатывают 5,0 см^3 особо чистой воды, помещают фильтр на 10 мин в ультразвуковую ванну. После ультразвуковой ванны фильтр отжимают, раствор переносят в колориметрическую пробирку, объемы доводят до 5,0 см^3 особо чистой водой.

Далее анализ проводят аналогично градуировочным растворам. Измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм при длине волны 365 нм по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробе, используя чистый фильтр.

Количественное определение содержания [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида (мкг) в анализируемом объеме раствора пробы проводят по предварительно построенной градуировочной характеристике.

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида в воздухе рабочей зоны C, мг/м^3, вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a}{V_{20}}, \text{ где} \qquad (4)$$

a – содержание [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

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

За результат измерений принимают среднее арифметическое результата двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$\frac{2 \cdot |C_1 - C_2| \cdot 100}{(C_1 + C_2)} \le r, \text{ где} \qquad (5)$$

C_1, C_2 – результаты параллельных определений массовой концентрации [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида в воздухе рабочей зоны, мг/м^3;

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

Если условие (5) не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями методики измерений.

12. Оформление результатов измерения

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

$$\overline{C} \pm 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C}\text{, при } P = 0{,}95\text{, где}$$

$\overline{C}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по п. 11, 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 следующую запись в журнале: «массовая концентрация [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида менее 1,5 мг/м^3 (более 15 мг/м^3)».

13. Контроль результатов измерений

13.1. 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).

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

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

$$\frac{2 \cdot \left| C_{cp1} - C_{cp2} \right| \cdot 100}{(C_{cp1} + C_{cp2})} \le CD_{0,95}\text{, где} \qquad (6)$$

C_{cp1}, C_{cp2} – средние значения массовой концентрации [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида, 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 зна-

чение. 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. 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 1 ч 30 мин.

Методика разработана НИЦ «Экос» ЗАО «Алгама» (В. А. Минаев).

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