Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение стирола, фенола и нафталина в воздухе методом хромато-масс-спектрометрии

Методические указания
МУК 4.1.2594—10

Издание официальное

Москва • 2010

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение стирола, фенола и нафталина в воздухе методом хромато-масс-спектрометрии

Методические указания
МУК 4.1.2594—10

ББК 51.21
О60

О60 **Определение** стирола, фенола и нафталина в воздухе методом хромато-масс-спектрометрии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010.—16 с.

1. Разработаны ФГУ «Всероссийский центр медицины катастроф «Защита» Росздрава (к.х.н. А. С. Московкин, к.х.н. Е. Е. Сотников, к.х.н. Г. А. Газиев).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 03.12.2009 № 3).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 26 марта 2010 г.

4. Введены в действие с 26 марта 2010 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

Редакторы Л. С. Кучурова, Е. В. Николаева
Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 06.10.10

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 200 экз. Заказ 97

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, 2010
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2010

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
26 марта 2010 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Определение стирола, фенола и нафталина в воздухе методом хромато-масс-спектрометрии

Методические указания МУК 4.1.2594—10

1. Область применения

1.1. Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха для определения в нем содержания стирола, фенола и нафталина в диапазоне массовой концентрации (0,001—0,05) мг/м^3.

1.2. Настоящие методические указания разработаны с целью обеспечения аналитического контроля соответствия уровня содержания стирола, фенола и нафталина в воздухе их гигиеническим нормативам. Методика метрологически аттестована в установленном порядке.

1.3. Методические указания предназначены для лабораторий центров гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, а также могут быть использованы санитарными лабораториями промышленных предприятий, научно-исследовательских институтов, работающих в области гигиены окружающей среды, и другими заинтересованными организациями.

2. Физико-химические свойства

Стирол; $C_6H_5CH{=}CH_2$; CAS 100-42-5; Мол. масса 104,15.

Стирол (винилбензол, фенилэтилен, этенилбензол) – бесцветная жидкость с резким характерным запахом. Температура кипения –

145,2 °С, плотность – 0,906 г/см^3 (при 20 °С), растворим в органических растворителях и трудно растворим в воде.

Фенол; C_6H_5OH; CAS 108-95-2; Мол. масса 94,12.

Фенол (гидроксибензол, карболовая кислота) – бесцветное кристаллическое вещество со специфическим запахом. Температура плавления – 40,9 °С, температура кипения – 181,75 °С; плотность – 1,0576 г/см^3 (при 41,0 °С), на воздухе фенол постепенно окисляется, приобретая розовую или красную окраску. В 100 см^3 воды при 15,0 °С растворяется 8,2 г фенола, хорошо растворим в спирте, хлороформе, диэтиловом эфире, маслах и других органических растворителях.

Нафталин; $C_{10}H_8$; CAS 91-20-3; Мол. масса 128,17.

Нафталин (нафтален) – бесцветное кристаллическое вещество с характерным резким запахом; температура плавления – 80,28 °С, температура кипения – 217,96 °С, возгоняется ниже температуры плавления; плотность – 1,168 г/см^3 (при 22 °С). В 100 см^3 воды при 25,0 °С растворяется 3,0 мг нафталина, в спирте – 4,18 г, хорошо растворим в органических растворителях: бензоле, толуоле, диэтиловом эфире, уксусной кислоте.

3. Токсикологическое действие

Стирол – яд общетоксического действия; оказывает раздражающее, аллергическое действие; обладает кожнорезорбтивным эффектом; при хронической интоксикации поражает центральную и периферическую нервные системы, кровеносные сосуды, печень.

Фенол является сильным нервным ядом, обладает общетоксическим, раздражающим и прижигающим действием, способен всасываться через кожу.

Нафталин – вещество, обладающее ольфакторным и общетоксическим действием; поражает нервную систему, желудочно-кишечный тракт, почки; вызывает отравление при вдыхании паров и пыли, проникает через кожу.

Используются предельно допустимые концентрации стирола, фенола и нафталина в атмосферном воздухе и воздухе рабочей зоны (табл. 1).

Таблица 1

Предельно допустимые концентрации стирола, фенола и нафталина в атмосферном воздухе

Соединение	Предельно допустимая концентрация, мг/м^3		Класс опасности
	максимально разовая	среднесуточная	
Стирол	0,04	0,002	2
Фенол	0,01	0,003	2
Нафталин	0,007	–	4

4. Метод измерений

Измерение концентраций стирола, фенола и нафталина в воздухе выполняют методом хромато-масс-спектрометрии.

Метод основан на концентрировании анализируемых веществ из воздуха на твердый сорбент, последующей термодесорбции, газохроматографическом разделении на кварцевой капиллярной колонке, идентификации по масс-спектрам и количественном определении по характеристическим молекулярным ионам.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,001 мкг.

Определению не мешают органические кислоты, спирты, углеводороды, эфиры.

Продолжительность проведения термодесорбции и хромато-масс-спектрометрического анализа 20 мин.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

5.1. Средства измерений

Газовый хроматограф Focus GC фирмы «Thermo Electron Corporation» (США)
Масс-спектрометр Focus DSQ фирмы «Thermo Electron Corporation» (США) с программным обеспечением системы сбора и обработки данных Xcalibur 1.4 фирмы «Thermo Finnigan» (США)
(или подобный, имеющий сертификат Госстандарта России, зарегистрированный в Государственном реестре средств измерений)

Библиотека масс-спектров NIST'02 или NIST'05 Национального института стандартов и технологии США	
Термодесорбер Unity фирмы «Markes» (Великобритания)	
Барометр-анероид, тип М-67	ТУ 25-04-1797—75
Весы аналитические лабораторные ВЛА-200	ГОСТ 24104—2001
Колбы мерные 1-50-2, 1-100-2	ГОСТ 1770—74Е
Меры массы	ГОСТ 7328—2001
Микрошприц на 10 мм^3 фирмы «Hamilton» (Швейцария)	
Микропипетка мерная градуированная 8-2-0,1	ГОСТ 20292—74
Пипетки градуированные 2-1-2-1, 2-1-2-2, 2-1-2-5	ГОСТ 29227—91
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-42, предел измерения 0—55 °С, цена деления – 0,1 °С	ТУ 25-2021.003—88
Устройство пробоотборное SKC 222-3SR-04 фирмы «SKC Ltd» (США), обеспечивающее отбор проб воздуха со скоростью 0,05—0,2 дм^3/мин с пределом допускаемой относительной погрешности 5,0 % (или пробоотборное устройство с аналогичными характеристиками)	

5.2. Вспомогательные устройства

Колонка кварцевая капиллярная DB-5MS (5 % дифенил- и 95 % диметилполисилоксан) фирмы «J&W Scientific» (США) длиной 30 м, внутренним диаметром 0,25 мм и толщиной пленки 0,25 мкм

Компрессор воздушный безмасляный с прямой передачей модели F.I.A.C. фирмы «F.I.A.C.» (Италия) с максимальным давлением эксплуатации 8,0 атм или аналогичный

Трубки сорбционные из молибденового стекла длиной 89 мм и внутренним диаметром 4 мм, заполненные полимерным сорбентом Тенакс ТА (поли-2,6-дифенил-п-фениленоксид), фракция 0,18—0,25 мм (60-80 меш), фирмы «Supelko» (США)

Криофокусирующая ловушка – кварцевая трубка длиной 60 мм, внутренним диаметром 2,9 мм и диаметром 1 мм во входном отверстии и 2 мм в выходном отверстии, заполненная комбинированным сорбентом Тенакс ТА и Carbograph 1TD (1 : 1), фракция 0,18—0,25 мм (60—80 меш) каждый, фирмы «Markes» (Великобритания)	
Эксикатор	ГОСТ 25336—82

5.3. Материалы

Гелий газообразный (сжатый) очищенный марки «А» в баллоне	ТУ 51-940—80
Заглушки фторопластовые для сорбционных трубок	
Хлопчатобумажные перчатки	ГОСТ 5007—87

5.4. Реактивы

Нафталин с содержанием основного вещества не менее 99 % по каталогу фирмы «Merck», каталожный номер 820846	
Спирт этиловый, х.ч.	ГОСТ 18300—87
Стирол с содержанием основного вещества не менее 99 % по каталогу фирмы «Merck», каталожный номер 807679	
Фенол, стандартный образец в метаноле (0,1 мг/см^3) НПО ЗАО «Кристмас+»	ГСО 7355—97

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов с метрологическими и техническими характеристиками, соответствующими указанным.

6. Требования безопасности

6.1. Помещение для проведения измерений должно соответствовать требованиям СНиП 21-01—97 «Пожарная безопасность зданий и сооружений» и СНиП 2.01.02—85 «Противопожарные нормы». При выполнении работ должны быть соблюдены меры противопожарной безопасности в соответствии с требованиями ГОСТа 12.1.004—91. В лаборатории должны иметься средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.011—89.

6.2. При работе с химическими веществами и реактивами необходимо соблюдать требования техники безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007-76 и 12.1.005—88. При работе необходимо соблюдать

«Правила по технике безопасности и производственной санитарии при работе в химических лабораториях», утвержденные МЗ СССР 20.12.1982 (М., 1981).

6.3. При выполнении измерений с использованием хромато-масс-спектрометра необходимо соблюдать правила электробезопасности по ГОСТ 12.1.019—79 и «Правила эксплуатации электроустановок потребителей», утвержденные Госэнергонадзором СССР 21.12.1984, а также инструкции по эксплуатации приборов.

6.4. При работе с баллонами гелия необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением», утвержденные Госгортехнадзором СССР 27.11.1987 (М.: Недра, 1989).

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускаются лица, имеющие опыт работы на хромато-масс-спектрометрах; изучившие техническое описание измерительного прибора и методику выполнения измерений; обученные в соответствии с ГОСТ 12.0.004—90 и имеющие квалификацию не ниже инженера-химика; прошедшие инструктаж по технике безопасности на рабочем месте и ознакомленные с правилами обслуживания прибора.

8. Условия измерений

8.1. При проведении процессов приготовления растворов, подготовке проб к анализу и выполнении измерений в соответствии с ГОСТ 22261—94 соблюдают следующие климатические условия:

- температура воздуха 15—30 °С;
- атмосферное давление 630—800 мм рт. ст. (84—106 кПа);
- влажность воздуха не более 80 % при температуре 25 °С.

8.2. Выполнение измерений на хромато-масс-спектрометре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовка сорбционных трубок, подготовка хроматографической колонки, установление градуировочных характеристик, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

Исходный раствор стирола, фенола, нафталина для градуировки ($C = 1{,}0$ мг/см^3)

Взвешивают по 100 мг стирола и нафталина, результат взвешивания записывают до 4-го десятичного знака. Навески стирола, нафталина и 1 $см^3$ содержимого ампулы ГСО фенола в метаноле с концентрацией 100 $мг/см^3$ вносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем этанолом до метки и тщательно перемешивают. Рассчитывают значение массовой концентрации исходного раствора. Срок хранения исходного раствора в холодильнике – 30 дней.

Рабочий раствор стирола, фенола, нафталина (С = 0,05 мг/см³).

5 $см^3$ исходного раствора вносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$, доводят объем этанолом до метки и тщательно перемешивают. Рассчитывают значение массовой концентрации рабочего раствора. Срок хранения рабочего раствора в холодильнике – 7 дней.

Градуировочные растворы стирола, фенола, нафталина

Градуировочные растворы готовят в мерных колбах вместимостью 50 $см^3$. Для этого в каждую колбу вносят пипеткой рабочий раствор в соответствии с табл. 2, доводят объем до метки этанолом и тщательно перемешивают. Рассчитывают значение массовой концентрации градуировочного раствора. Срок хранения градуировочных растворов в холодильнике – 2 суток.

Таблица 2

Номинальные значения массовой концентрации градуировочных растворов

Номер раствора для градуировки	0	1	2	3	4	5
Объем рабочего раствора (С = 0,05 $мг/см^3$), $см^3$	0	0,1	0,5	1,0	2,0	5,0
Концентрация вещества в градуировочном растворе, $мкг/см^3$	0	0,1	0,5	1,0	2,0	5,0
Содержание вещества в 10 $мм^3$ градуировочного раствора, мкг	0	0,001	0,005	0,01	0,02	0,05

9.2. Подготовка сорбционных трубок

Сорбционные трубки, заполненные сорбентом «Тенакс ТА» и используемые впервые, кондиционируют в токе газа-носителя – гелия (скорость 10 $см^3$/мин) при температуре 320 °С в течение 12—14 ч. Охлаждение сорбционных трубок до комнатной температуры проводят не отключая поток газа-носителя. После охлаждения сорбционные трубки закрывают с обоих концов фторопластовыми заглушками и хранят в эксикаторе. При извлечении и постановке сорбционных трубок в термодесорбер надевают хлопчатобумажные перчатки. Перед отбором проб воздуха или установлением градуировочной характеристики откондиционированные

ционированные сорбционные трубки продувают гелием при температуре 335 °С в течение 60—90 мин и охлаждают до комнатной температуры, не отключая поток газа-носителя. Каждую сорбционную трубку можно использовать не более 100 циклов.

9.3. Подготовка хроматографической колонки

Кварцевую капиллярную колонку предварительно кондиционируют в токе газа-носителя при постоянном давлении потока при температуре колонки 275 °С в течение 4 ч. После охлаждения колонки до комнатной температуры записывают нулевую линию при параметрах проведения анализа. При отсутствии на хроматограмме пиков летучих загрязняющих веществ, адсорбированных из воздуха, колонка готова к работе.

9.4. Установление градуировочных характеристик

Градуировочные характеристики стирола, фенола и нафталина устанавливают на градуировочных растворах методом абсолютной градуировки. Они выражают зависимость площади пика характеристических молекулярных ионов стирола (m/z 104), фенола (m/z 94) и нафталина (m/z 128) на масс-фрагментограмме (безразмерные компьютерные единицы) от количества вещества, нанесенного на сорбент (мкг), и строятся по 5 сериям градуировочных растворов (табл. 2). Каждая серия состоит из 6 растворов одной и той же концентрации.

Повторяемость времени удерживания соединений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$\frac{200\,(T_{max} - T_{min})}{T_{max} + T_{min}} \le 1, \text{ где} \qquad (1)$$

T_{max} – максимальное время удерживания пика соединения;

T_{min} – минимальное время удерживания пика соединения.

Повторяемость площади пиков соединений признают удовлетворительной при выполнении условия:

$$\frac{200\,(S_{max} - S_{min})}{S_{max} + S_{min}} \le r_s, \text{ где} \qquad (2)$$

S_{max} – максимальная площадь пика соединения;

S_{min} – минимальная площадь пика соединения;

r_s – предел повторяемости площади пика соединения, вычисляемый по формуле:

$$r_s = Q\,(P_n) \cdot \sigma_r, \text{ где} \qquad (3)$$

Q (P_n) – коэффициент, зависящий от числа измерений и доверительной вероятности и равный 4,03 для n = 6 и P = 0,95;

σ_r – значение показателя повторяемости по табл. 3.

При удовлетворительных результатах обоих параметров пика – времени удерживания и площади пика, а также при соответствии не менее 99 % экспериментально полученного масс-спектра библиотечному устанавливают градуировочную характеристику: линейную зависимость (коэффициент корреляции не менее 99 %) среднеарифметического значения площади пика характеристического молекулярного иона конкретного соединения от его количества после внесения на сорбент соответствующего градуировочного раствора (п. 9.1).

При построении градуировочной характеристики в сорбционную трубку, заполненную сорбентом, микрошприцем вносят 10 мм^3 соответствующего градуировочного раствора, затем трубку помещают в термодесорбер.

Десорбцию адсорбированных веществ проводят при температуре 300 °С в потоке газа-носителя (гелия) в течение 5 мин в охлаждаемую сжатым воздухом, поступающим из компрессора, до температуры – 10 °С (эффект Пельтье) криофокусирующую ловушку термодесорбера, с которой быстрым нагревом со скоростью 150 °С/мин до температуры 300 °С с последующей выдержкой при этой температуре в течение 3 мин вещества переносятся газом-носителем (гелием) при постоянном давлении (20 psi) непосредственно в капиллярную колонку газового хроматографа.

Условия проведения хромато-масс-спектрометрического анализа:

температура хроматографической колонки	
в течение 1 мин	45 °С
нагрев со скоростью 30 °С/мин до температуры	130 °С
в течение 3 мин	130 °С
нагрев со скоростью 12 °С/мин до температуры	180 °С
нагрев со скоростью 7 °С/мин до температуры	240 °С
нагрев со скоростью 12 °С/мин до температуры	325 °С
в течение 5 мин	325 °С
расход газа-носителя (гелия) без деления потока	1,5 мл/мин
общее время хромато-масс-спектрометрического анализа	31,65 мин
температура источника ионов масс-спектрометра	220 °С
диапазон сканирования масс	45—450 m/z
число сканирований в секунду	2, 4

время удерживания: стирола	(3,65 ± 0,04) мин
фенола	(4,35 ± 0,04) мин
нафталина	(6,51 ± 0,05) мин

На полученной масс-фрагментограмме в автоматическом режиме рассчитывают значения площади пиков характеристических молекулярных ионов стирола (m/z 104), фенола (m/z 94) и нафталина (m/z 128) и по результатам анализа 5 серий строят линейную градуировочную характеристику для каждого соединения.

Градуировку для каждого соединения проверяют перед проведением анализов, а также после регенерации хроматографической колонки или ее замене, замене сорбционных трубок, основных реактивов, изменении рабочих параметров масс-спектрометра, проводя анализ трех градуировочных растворов различной концентрации. Если полученные результаты анализа отличаются более чем на 14 % от расчетных данных (п. 9.1), градуировочную характеристику строят заново, используя свежеприготовленные градуировочные растворы.

9.5. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят в соответствии с ГОСТ 17.2.3.01—86. Каждая проба воздуха одновременно отбирается на две сорбционные трубки с помощью двух пробоотборников.

Воздух со скоростью 0,2 $дм^3$/мин аспирируют с помощью автоматического пробоотборника в течение 5 мин. Сорбционные трубки с отобранными пробами закрывают фторопластовыми заглушками и помещают в чистые пробирки с притертыми пробками. При отборе пробы фиксируют температуру и давление окружающей среды. Срок хранения отобранных проб – не более 2 суток.

10. Выполнение измерений

Сорбционную трубку с веществами, сконцентрированными на сорбенте, помещают в термодесорбер и анализируют в условиях, указанных в п. 9.4.

11. Обработка результатов измерений

На полученных масс-фрагментограммах по временам удерживания характеристических молекулярных ионов стирола, фенола и нафталина и их масс-спектрам идентифицируют соединения и в автоматическом режиме определяют площадь пика характеристических молекулярных ионов каждого соединения. По полученным градуировочным характеристикам (п. 9.4) определяют количество каждого соединения в пробе.

Массовую концентрацию каждого соединения C (мг/м^3) в воздухе рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{m}{V_o}, \text{ где} \quad (4)$$

m – количество вещества в пробе, найденное по градуировочной характеристике, мг;

V_o – объем воздуха, взятый для анализа и приведенный к нормальным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 0 °С), м^3 :

$$V_o = \frac{V_n \cdot 273 \cdot p}{(273 + t) \cdot 760}, \text{ где} \quad (5)$$

V_n – объем исследуемой пробы воздуха, м^3;

p – атмосферное давление в момент отбора пробы, мм рт. ст.;

t – температура воздуха в момент отбора пробы, °С.

За результат измерения концентрации соединения в воздухе C (мг/м^3), принимают среднеарифметическое полученных значений концентраций двух параллельных проб C_1 и C_2 (мг/м^3).

Расхождение между результатами измерений анализируемой пробы C_1 и C_2 (мг/м^3), не должно превышать предела повторяемости r_S. Результат измерений считают удовлетворительным при условии:

$$\frac{200 \left| C_1 - C_2 \right|}{(C_1 + C_2)} \le r_S, \text{ где} \quad (6)$$

r_S – предел повторяемости, вычисляемый по формуле (3) (коэффициент Q (P_n) равен 2,77 для n = 2 и P = 0,95).

Если условие (6) не выполняется, то проводят повторные измерения (п. 10) и проверку приемлемости результатов измерений, полученных в условиях повторяемости по ГОСТ Р ИСО 5725-2002, ч. 6, п. 5.2.

12. Характеристика погрешности измерений

Границы относительной погрешности измерений ± δ по данной методике приведены в табл. 3.

Таблица 3

Метрологические характеристики результатов измерений концентрации веществ в воздухе

Вещество	Диапазон измерений концентраций вещества в воздухе, мг/м^3	Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель правильности (границы неисключенной систематической составляющей погрешности), $\pm\delta_c$, % при P=0,95	Показатель точности (границы относительной погрешности), ± δ, % при P=0,95
Стирол	От 0,001до 0,005 вкл.	3,4	6,8	18	22
	От 0,005 до 0,010 вкл.	2,4	4,8	15	18
	От 0,010 до 0,050 вкл.	1,4	2,8	14	15
Фенол	От 0,001 до 0,005 вкл.	2,9	5,8	16	19
	От 0,005 до 0,050 вкл.	1,4	2,8	14	15
Нафталин	От 0,001 до 0,005 вкл.	3,5	7,0	15	20
	От 0,005до 0,050 вкл.	1,9	3,8	14	16

13. Оформление результатов измерения и форма их представления

Результаты измерений концентраций соединений *C*, мг/м^3, в документах, предусматривающих их использование, представляют в виде:

$$C \pm \Delta, \text{ где}$$

Δ – абсолютная погрешность измерений концентрации соединения, мг/м^3, при доверительной вероятности P = 0,95, Δ = 0,01 δ C (δ – относительная погрешность измерений концентрации соединения, %, табл. 3).

14. Контроль качества результатов измерений

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по п. 62.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6. 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 т. ч. проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

Оперативный контроль процедуры анализа проводят методом добавок совместно с методом разбавления пробы по п. 5.6 РМГ 76—2004 «Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

Периодичность контроля процедуры анализа зависит от числа рабочих измерений за контролируемый период и определяется планами контроля, но не реже одного раза в неделю.

15. Список литературы

1. ГОСТ Р 8.563—96. ГСИ «Методики выполнения измерений».

2. ГОСТ Р 1.5—92 «Государственная система стандартизации Российской Федерации. Общие требования к построению, изложению, оформлению и содержанию стандартов».

3. ГОСТ Р ИСО 5725—2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений». Ч. 1—6.

4. ГОСТ Р 50779.40—96 (ИСО 7870—93) «Статические методы. Контрольные карты. Общее руководство и введение».

5. ГОСТ 8.589—01 «Охрана природы. Метрологическое обеспечение контроля загрязненности атмосферы, поверхностных вод и почвы. Основные положения».

6. ГОСТ 17.2.4.02—81 «Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ».

7. ГОСТ 17.2.3.01—86 «Охрана природы. Атмосфера. Правила контроля качества воздуха населенных пунктов».

8. ГОСТ 12.0.004—90 «Система стандартной безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения».

9. ГОСТ 12.1.004—91 «Система стандартной безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования».

10. ГОСТ 12.1.005—88 «Система стандартной безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны».

11. ГОСТ 12.01.007—76 «Система стандартной безопасности труда. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности».

12. ГОСТ 12.1.016—76 «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам выполнения измерений».

13. ГОСТ 12.1.019—79 «Система стандартной безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты».

14. ГОСТ 12.4.011—89 «Система стандартов безопасности труда. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация».

15. ГОСТ 8.207—76. ГСИ «Прямые измерения с многократными наблюдениями Методы обработки результатов наблюдений. Основные положения».

16. ГОСТ 1770—74Е «Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия».

17. ГОСТ 18300—87 «Спирт этиловый ректификационный технический. Технические условия».

18. ГОСТ 29227—91 «Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть I. Общие требования».

19. ГОСТ 24104—01 «Весы лабораторные. Общие технические условия».

20. РМГ 76—2004 «Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа».

21. СНиП 21-01—97 «Пожарная безопасность зданий и сооружений».

22. СНиП 2.01.02—85 «Противопожарные нормы».

23. МИ 1317—04 «Результаты и характеристики погрешности измерений. Формы представления. Способы использования при испытаниях образцов продукции и контроле их параметров».

24. ГН 2.1.6.1338—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест». М., 2003.

25. Вредные вещества в промышленности. Т. 1. Органические соединения: Справочник /Под общ. ред. Н. В. Лазарева. Л.: Химия, 1977. 608 с.

26. Вредные химические вещества. Углеводороды. Галогенпроизводные углеводородов: Справ. изд. /Под ред. В. А. Филова и др. Л.: Химия, 1990. 732 с.

gost.e-ecolog.ru