Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций дигидросульфида (сероводорода) в воздухе рабочей зоны по реакции с молибдатом аммония методом фотометрии

Методические указания
МУК 4.1.2470—09

Издание официальное

Москва • 2009

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций дигидросульфида (сероводорода) в воздухе рабочей зоны по реакции с молибдатом аммония методом фотометрии

Методические указания
МУК 4.1.2470—09

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** массовых концентраций дигидросульфида (сероводорода) в воздухе рабочей зоны по реакции с молибдатом аммония методом фотометрии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—16 с.

1. Разработаны: НИЦ «Экос» ЗАО «Алгама» (В. А. Смирнов) и центральной научно-исследовательской лабораторией (ЦНИЛ) филиала «Военизированная горноспасательная часть Урала» (филиал «ВГСЧ Урала») ФГУП «СПО «Металлургбезопасность» (С. М. Росляков – начальник ЦНИЛ, С. А. Каграманян – главный метролог ЦНИЛ, Л. С. Цизман – районный инженер филиала «ВГСЧ Урала»).

2. Подготовлены: ГУ НИИ МТ РАМН (Л. Г. Макеева, Г. В. Муравьёва).

3. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-гигиеническому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 25 декабря 2009 г. № 3).

4. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 2 февраля 2009 г.

5. Вводятся в действие с 29 апреля 2009 г.

6. Введены взамен МУ № 5853—91 «Методические указания по фотометрическому измерению концентраций сероводорода в воздухе рабочей зоны», утв. 10.09.1991 зам. Главного государственного санитарного врача СССР М. И. Наркевичем.

ББК 51.21

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 200 экз.

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

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, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
2 февраля 2009 г.
Дата введения: 29 апреля 2009 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций дигидросульфида (сероводорода) в воздухе рабочей зоны по реакции с молибдатом аммония методом фотометрии

Методические указания МУК 4.1.2470—09

1. Общие положения и область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем сероводорода методом фотометрии в диапазоне массовых концентраций от 5,0 до 40,0 мг/м^3.

Погрешность измерений соответствует характеристикам, приведенным в табл. 1.

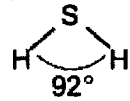
Методические указания разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.016—79 «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ» (с изм. 1), ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.» (с изм. 1), ГОСТ Р 8.563—96 «ГСИ. Методики выполнения измерений» (с изм. 1 и 2) и ГОСТ Р ИСО 5725—2002 (части 1—6) «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Методические указания по измерению массовых концентраций дигидросульфида (сероводорода) в воздухе рабочей зоны предназначены для лабораторий «ФГУЗ ЦГиЭ», санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля содержания дигидро-

сульфида в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов и других заинтересованных министерств и ведомств.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула: H_2S.

2.3. Молекулярная масса: 34,08.

2.4. Регистрационный номер CAS: 7783-06-4.

2.5. Физико-химические свойства.

Сероводород – бесцветный газ с характерным запахом. Легко сжижается в бесцветную жидкость. Температура плавления минус 85,7 °С, температура кипения минус 60,38 °С. Растворимость в воде 291 $см^3$ в 100 г воды (20 °С). Сильный восстановитель. На воздухе медленно окисляется до свободной серы. Взрывоопасные концентрации в смеси с воздухом (4,3—46,0) %.

Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.6. Токсикологическая характеристика

Сероводород – сильный нервный яд, раздражающий слизистые оболочки дыхательных путей и глаз.

Предельно допустимая концентрация ($ПДК_м$) сероводорода в воздухе рабочей зоны 10 $мг/м^3$. Класс опасности – 3.

3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности и ее составляющих не превышают значений, приведенных в табл. 1, для соответствующих диапазонов измерений (при $P = 0,95$).

Таблица 1

Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Диапазон измерений массовых концентраций сероводорода, $мг/м^3$	Доверительные границы относительной погрешности ±δ, % отн.	Предел повторяемости r_δ, % отн.	Предел воспроизводимости R_δ, % отн.
От 5,0 до 40,0 вкл.	24	12	23

4. Метод измерений

Измерение массовых концентраций сероводорода выполняют методом фотометрии.

Метод основан на восстановлении молибдата аммония сероводородом до молибденовой сини и последующем фотометрическом измерении окрашенного в синий цвет продукта реакции.

Измерение проводят при длине волны 670 нм с использованием красного светофильтра.

Отбор проб проводят с концентрированием в поглотительные приборы с пористой пластинкой, заполненные щелочным раствором молибдата аммония.

Нижний предел измерения содержания сероводорода в анализируемом объеме раствора 1,0 мкг.

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

Определению сероводорода не мешают мышьяк, сернистый ангидрид (диоксид серы) в количестве 100 мкг, серная кислота и цианистый водород в количестве 10 мкг в пробе. Присутствие диоксида серы и оксидов азота в исследуемом воздухе в концентрациях более 10 мг/м^3 влияет на результаты измерений.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

5.1. Средства измерений

Колориметр фотоэлектрический типа КФК-2, КФК-3	ТУ 3-31766 Госреестр СИ № 11598-02
Весы лабораторные высокого (II) класса точности с пределом взвешивания 200 г	ГОСТ 24104 Госреестр СИ № 19874-02
Гири, набор (1—100) г	ГОСТ 7328
Термометр с ценой деления 1 °С	ГОСТ 27544 Госреестр СИ № 251-90
Барометр-анероид	ГОСТ 6359
Психрометр аспирационный МВ-4М	ТУ 25.1607.054 Госреестр СИ № 10069-01
Колбы мерные 2-100-2; 2-200-2; 2-500-2; 2-1000-2	ГОСТ 1770
Цилиндр 1-50; 1-100; 1-500	ГОСТ 1770
Пипетки градуированные 2-2-1-0,5; 1-2-2-1; 1-2-2-2; 1-2-2-5; 2-2-2-10; 2-2-2-25	ГОСТ 29227

Прибор для отбора проб воздуха ПА-40М-1	ГОСТ Р 51945 ТУ 4215-008-39906142 Госреестр СИ № 21456-06
Ротаметр (реометр)	ГОСТ 13045 (ГОСТ 9932)
Манометр показывающий с верхним пределом измерения 25 МПа, кл. т. 2,5	ГОСТ 2405
Секундомер	ТУ 25-1819.0021 Госреестр № 11519-06

5.2. Вспомогательные устройства

Зажим медицинский	МРТУ 42964
Баня водяная	ТУ 10-23-28—87
Трубка резиновая медицинская	ГОСТ 3399
Заглушки стеклянные	ГОСТ 25336
Пробирки колориметрические П-2-10-14/23 ХС	ГОСТ 1770
Колбы конические *Кн-1-100-14/23 ТС*; *Кн-1-250-14/23 ТС*	ГОСТ 25336
Плитка электрическая с закрытой спиралью	ГОСТ 14919
Поглотительные приборы с пористой пластинкой № 1 или № 2	ТУ 25-11-1081—75
Стеклянные палочки	ГОСТ 25336

5.3. Реактивы и материалы

Калий фосфорнокислый однозамещенный, чда	ГОСТ 4198
Аммоний молибденовокислый, хч	ГОСТ 3765
Кислота серная, хч, (уд. вес 1,84)	ГОСТ 4204
Кислота аскорбиновая, хч	ГОСТ 4815
Натрий гидроокись, хч	ГОСТ 4328
Кислота соляная, хч (уд. вес 1,188)	ГОСТ 3118
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709

Допускается применение средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов других типов, удовлетворяющих по своим техническим и метрологическим характеристикам требованиям раздела 5.

6. Требования безопасности

6.1. При выполнении измерений необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007 и ГОСТ 12.1.005.

6.2. При работе с горючими и вредными веществами необходимо соблюдать меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6.3. При выполнении измерений с использованием фотоэлектроколориметра необходимо соблюдать правила электробезопасности в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.019 и инструкций по эксплуатации прибора.

6.4. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать ПДК, установленных ГН 2.2.5.1313—03.

6.5. Работающие должны быть обучены правилам безопасности труда согласно ГОСТ 12.0.004.

6.6. Работы, связанные с сероводородом, следует проводить в соответствии с правилами безопасной работы в химической лаборатории и инструкциями по технике безопасности для работников химической лаборатории предприятия.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или специальное химическое образование, прошедшие обучение и владеющие техникой проведения анализа, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы контроля при проведении процедуры контроля погрешности анализа и имеющих стаж и опыт работы в химической лаборатории не менее 1 года.

8. Условия измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха, °°С	20 ± 5;
атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.)	84,0—106,7 (630—800);
относительная влажность воздуха, %, не более	80;
напряжение питания, В	220^{+22}_{-33};
частота, Гц	50 ± 1.

9. Подготовка к выполнению измерений

9.1. Подготовка посуды

Стеклянную посуду споласкивают ацетоном для удаления органических примесей, несколько раз промывают водопроводной водой, заливают хромовой смесью и выдерживают 1 ч. После этого посуду извлекают из хромовой смеси, споласкивают несколько раз водопроводной, а затем дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу. Чистую посуду для анализа хранят в закрытом виде.

9.2. Приготовление растворов

9.2.1. Стандартные растворы сероводорода.

В виду большой гигроскопичности и неустойчивости растворов сульфида натрия, из которого готовятся стандартные растворы на сероводород, рекомендуется приготовление искусственной шкалы из калия фосфорнокислого однозамещенного.

9.2.1.1. Основной стандартный раствор.

Основной стандартный раствор с массовой концентрацией фосфора 100 мкг/см^3 готовят растворением (43,9 ± 0,1) мг калия фосфорнокислого однозамещенного в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

9.2.1.2. Стандартный раствор № 1.

Стандартный раствор № 1 с массовой концентрацией сероводорода 10 мкг/см^3 готовят путем разбавления 10 см^3 основного стандартного раствора дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

Растворы устойчивы в течение одного месяца.

9.2.2. Аскорбиновая кислота 1 % раствор.

1 % раствор аскорбиновой кислоты готовят путем растворения 1,00 г аскорбиновой кислоты в 99,0 см^3 дистиллированной воды. Раствор используется свежеприготовленным.

9.2.3. Серная кислота (1 : 4) по объёму

Раствор серной кислоты (1 : 4) по объему готовят из концентрированной кислоты удельного веса 1,84. Для этого в колбу вместимостью 200 см^3 приливают 100 см^3 дистиллированной воды и осторожно приливают 25 см^3 серной кислоты при постоянном помешивании стеклянной палочкой.

9.2.4. Поглотительный раствор.

2 % раствор аммония молибденовокислого готовят путем растворения 2,00 г вещества в 98,0 см^3 0,1 н раствора гидроокиси натрия.

9.2.5. Молибдат аммония.

Сернокислый раствор молибдата аммония готовят растворением 1,00 г вещества в 10 $см^3$ дистиллированной воды и добавляют 50 $см^3$ раствора серной кислоты 1 : 4.

9.2.6. Гидроокись натрия 0,1 Н раствор.

0,1 н раствор гидроокиси натрия готовят растворением 4,00 г вещества в дистиллированной воде, используя мерную колбу вместимостью 100 $см^3$. Полученный раствор хранят в плотно закрытой полиэтиленовой бутыли.

9.2.7. Соляная кислота 0,1 Н раствор.

0,1 н раствор соляной кислоты готовят разбавлением 8,23 $см^3$ концентрированной соляной кислоты дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 000 $см^3$.

9.3. Подготовка прибора

Подготовку фотоэлектроколориметра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности растворов от массы сероводорода, устанавливают по шести сериям растворов из пяти параллельных определений в каждой серии согласно табл. 2.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении сероводорода

Номер градуировочного раствора	Объём стандартного раствора сероводорода № 1 с массовой концентрацией 10 мкг/$см^3$, $см^3$	Объём дистиллированной воды, $см^3$	Содержание сероводорода в градуировочном растворе, мкг
1	0,0	7,0	0,0
2	0,1	6,9	1,0
3	0,2	6,8	2,0
4	0,3	6,7	3,0
5	0,4	6,6	4,0
6	0,6	6,4	6,0
7	0,8	6,2	8,0

В каждую пробирку вносят определенные объемы стандартного раствора № 1 и дистиллированной воды с помощью пипетки вместимостью 1,0 см^3 и 10 см^3, соответственно.

Во все пробирки вносят по 0,5 см^3 1 % раствора аскорбиновой кислоты и по 0,5 см^3 2 % раствора молибденовокислого аммония в серной кислоте с помощью пипеток на 1 см^3. Содержимое пробирок перемешивают и выдерживают в течение 3 мин на кипящей водяной бане. После охлаждения градуировочные растворы, окрашенные в синий цвет, фотометрируют при длине волны 670 нм, используя красный светофильтр, в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм, по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (раствор № 1 табл. 2).

Градуировочные растворы устойчивы в течение одного месяца.

Результаты измерений заносят в табл. 3.

Таблица 3

Результаты измерений градуировочных растворов

Содержание сероводорода, x_i, мкг	Оптическая плотность растворов (m параллельных измерений)					$\bar{y}_m = \frac{\sum_{i=1}^{m} y_i}{m}$	$x_i \cdot \bar{y}_m$	x_i^2
	y_1	y_2	y_3	...	y_m			
x_1								
...								
x_n								
$\sum_{i=1}^{n} x_i$						$\sum_{i=1}^{n} \bar{y}_m$	$\sum_{i=1}^{n} x_i \cdot \bar{y}_m$	$\sum_{i=1}^{n} x_i^2$

9.4.1. Построение градуировочной характеристики.

Градуировочная характеристика представляет собой прямую линию, строится по методу наименьших квадратов (для достижения требуемой точности МВИ) и выражается уравнением:

$$y = a + в \cdot x, \text{ где} \qquad (1)$$

y – измеренное значение оптической плотности градуировочного раствора;

a и $в$ – коэффициенты регрессии;

x – содержание сероводорода в градуировочном растворе, мкг.

Коэффициенты a и $в$ рассчитывают по формулам:

$$a = \frac{\sum_{i=1}^{n} x_i^2 \cdot \sum_{i=1}^{n} \bar{y}_m - \sum_{i=1}^{n} x_i \cdot \sum_{i=1}^{n} x_i \cdot \bar{y}_m}{n \cdot \sum_{i=1}^{n} x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} x_i\right)^2}, \quad (2)$$

$$в = \frac{n \cdot \sum_{i=1}^{n} x_i \cdot \bar{y}_m - \sum_{i=1}^{n} x_i \cdot \sum_{i=1}^{n} \bar{y}_m}{n \cdot \sum_{i=1}^{n} x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} x_i\right)^2}, \text{ где} \quad (3)$$

n – количество измеряемых градуировочных растворов сероводорода;

m – количество параллельных измерений для одной концентрации градуировочного раствора сероводорода;

$\bar{y}_m$ – среднее арифметическое значение оптической плотности m измерений.

Полученные коэффициенты a и $в$ подставляют в формулу (1) и рассчитывают

$$\left.\begin{aligned} y_1^{теор} &= a + в \cdot x_1 \\ y_n^{теор} &= a + в \cdot x_n \end{aligned}\right\} \quad (4)$$

На основании полученных данных строят градуировочную характеристику.

Для этого на оси абсцисс откладывают значения x, мкг – содержание сероводорода в растворе, указанные в табл. 3, а на оси ординат – $y^{теор}$ – значения оптической плотности растворов, найденные по формуле (4).

9.4.2. Контроль стабильности градуировочной характеристики проводится при смене основных реактивов, используемых для анализа, при освоении методики новым исполнителем, при неудовлетворительных результатах внутрилабораторного оперативного контроля или внешнего контроля качества.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводится не реже одного раза в квартал или непосредственно перед проведением анализа, если анализ проводится реже, чем один раз в квартал.

Для контроля стабильности используют градуировочные растворы, приготовленные по 9.4 с содержанием сероводорода 1,0; 4,0; 8,0 мкг.

Стабильность градуировочной характеристики признают удовлетворительной, если для каждого градуировочного раствора выполняется условие:

$$\left|\overline{X} - C\right| \le 1{,}64 \cdot \frac{\sigma_{\Gamma}}{\sqrt{\kappa}}, \text{ мкг, } P = 0{,}90, \text{ где} \qquad (5)$$

$\overline{X}$ – среднеарифметический результат определения содержания сероводорода в градуировочном растворе, по имеющейся градуировочной характеристике, мкг;

C – содержание сероводорода в градуировочном растворе, установленное при его приготовлении, мкг;

σ_{Γ} – предел воспроизводимости, обусловленный нестабильностью градуировочной характеристики, мкг, который рассчитывают по формуле:

$$\sigma_{\Gamma} = \frac{\delta \cdot 0{,}84}{1{,}96}, \text{ мкг, где} \qquad (6)$$

δ – доверительные границы относительной погрешности, отн. единицы;

κ – число измерений градуировочного раствора определенной концентрации при контроле стабильности градуировочной характеристики ($\kappa \ge 3$).

Периодичность построения градуировочной характеристики устанавливают по результатам контроля её стабильности, но не реже одного раза в год.

Контроль стабильности градуировочной характеристики может быть выполнен только для того диапазона измерений, в котором реализуется данная методика анализа в конкретной лаборатории. В этом случае контроль стабильности ведется в трех точках диапазона измерения, реализуемого в данной лаборатории, соответствующих (7,5 ± 2,5), (50 ± 5), (95 ± 5) % этого диапазона измерений.

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 градуировочной характеристики её устанавливают заново.

9.5. Подготовка поглотительных приборов к отбору проб воздуха

В три поглотительных прибора с пористой пластинкой вводят по 3,00 см^3 поглотительного раствора, приготовленного по 9.2.4, и закрывают их заглушками.

9.6. Отбор проб воздуха

Отбор проб проводят с учетом требований ГОСТ 12.1.005 и Р 2.2.2006—05 (прилож. 9, обязательное).

Воздух с объемным расходом 0,2 дм^3/мин аспирируют через три последовательно соединенных поглотительных прибора, содержащих по 3,00 см^3 поглотительного раствора.

Для определения ½ ПДК сероводорода необходимо отобрать 0,3 дм^3 воздуха. Отобранные пробы сохраняются одни сутки в холодильнике при температуре плюс 4 °С.

10. Выполнение измерений

Растворы из поглотительных приборов переносят в пробирки, объем доводят до 3 см^3 поглотительным раствором и анализируют отдельно.

Для анализа из каждой пробирки берут по 2 см^3 раствора, добавляют по 3 см^3 0,1 н раствора соляной кислоты. Содержимое перемешивают и пробирки помещают в водяную баню, нагретую до 30 °С на 15 мин. После охлаждения измеряют оптическую плотность растворов, окрашенных в синий цвет, по отношению к холостой пробе при длине волны 670 нм, используя красный светофильтр в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм.

По измеренному значению оптической плотности, используя градуировочную характеристику, определяют содержание сероводорода в анализируемом растворе из каждого поглотительного прибора.

11. Вычисление результатов измерений

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

$$C = \frac{(a_1 + a_2 + a_3) \cdot в}{б \cdot V_{20}}, \text{ где} \qquad (7)$$

a_1, a_2, a_3 – содержание сероводорода в анализируемых объёмах растворов пробы из первого, второго и третьего поглотительных приборов соответственно, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

$в$ – общий объём раствора пробы, см^3 (3,0 см^3);

$б$ – объём пробы, взятый для анализа, см^3 (2,0 см^3);

V_{20} – объём воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, дм^3.

Приведение объёма воздуха к стандартным условиям при температуре 293 К (20 °С) и атмосферном давлении 101,33 кПа (760 мм рт.ст.) производят по формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33}, \text{ где} \qquad (8)$$

V_t – объём воздуха, отобранный для анализа, дм^3;

P – барометрическое давление в месте отбора проб, кПа (101,33 кПа =760 мм рт.ст.);

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

12. Оформление результатов измерений

12.1. Результат измерения по настоящей МВИ в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$C \pm 0,01\,\delta \cdot C \ (P = 0,95), \text{ где} \qquad (9)$$

C – среднее арифметическое значение результатов n определений, мг/м^3

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

Результат измерений округляют до одной значащей цифры после запятой.

Результаты измерений оформляют записью в журнале.

В случае, если полученный результат измерения ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация сероводорода в воздухе рабочей зоны менее 5,0 мг/м^3 (более 40,0 мг/м^3)».

13. 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, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по п. 6.2.3 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, превышение предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 2 ч 30 мин.

Библиография

1. ГОСТ 24104—2001. Весы лабораторные. Общие технические требования.

2. ГОСТ 7328—82. Меры массы общего назначения и образцовые. Технические условия.

3. ГОСТ 27544—87. Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические условия.

4. ГОСТ 2405—88. Манометры, вакуумметры, мановакуумметры, напоромеры, тягомеры и тягонапоромеры.

5. ГОСТ 6359—75. Барографы метеорологические анероидные.

6. ГОСТ 1770—74. Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

7. ГОСТ 29227—93. Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Ч.1. Общие требования.

8. ГОСТ 3399—76. Трубки резиновые медицинские. Технические условия.

9. ГОСТ 25336—82. Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

10. ГОСТ 12.1.005—88. ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

11. ГОСТ 12.1.007—76. ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

12. ГОСТ 12.1.019—79. ССБТ. Электробезопасность. Общие требования.

13. ТУ 3-3.1766—82. Колориметр фотоэлектрический.

14. ТУ 25-1819.0021—90. Секундомер.

15. ТУ 25.1607.054—85. Психрометр аспирационный.

16. МРТУ 42964—64. Зажим медицинский.

17. ГОСТ 14919—83. Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

18. ТУ 10-23-28—87. Баня водяная лабораторная одноместная-1.

19. ГОСТ 3765—78. Аммоний молибденовокислый. Технические условия.

20. ГОСТ 6709—72. Вода дистиллированная. Технические условия.

21. ГОСТ 4204—77 (с изм. № 1, 2). Кислота серная. Технические условия.

22. ГОСТ Р 51945—2002. Аспираторы. Общие технические условия.

23. ТУ 4215-008-39906142—02. Прибор для отбора проб воздуха ПА-40М.

24. ГОСТ 13045—81 (с изм. № 1, 2). Реометры. Общие технические условия.

25. ГОСТ 9932— 75 (с изм. № 1, 2, 3, 4). Реометры стеклянные лабораторные. Технические условия.

26. ТУ 25-11-1081—75. Поглотители.

27. ГОСТ 12.1.004—91. ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.

28. ГОСТ 12.4.009—90. ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

29. ГОСТ 12.0.004—90. ССБТ. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

30. ГН 2.2.5.1313—03. Химические факторы производственной среды. Предельно-допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны. Гигиенические нормативы.

31. ГОСТ 4198—75. Калий фосфорнокислый однозамещенный. Технические условия.

32. Фарм. Кислота аскорбиновая.

33. ГОСТ 3118—77. Кислота соляная. Технические условия.

34. ГОСТ 4328—77. Натрия гидроокись. Технические условия.

35. Р 2.2.2006—05. Гигиена труда. Руководство по гигиенической оценке факторов рабочей среды и трудового процесса. Критерии и классификация условий труда.

36. ГОСТ Р ИСО 5725—2002 (части 1—6). Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений.

37. ГОСТ Р 8.563—96 (с изм. № 1, 2). ГСИ. Методики выполнения измерений.

38. ГОСТ 12.1.016—79 (с изм. № 1). Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ.

39. МУ № 5853—91. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций сероводорода в воздухе рабочей зоны.

gost.e-ecolog.ru