Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций диоксида азота в воздухе рабочей зоны по реакции с замещенным этилендиамином методом фотометрии

Методические указания
МУК 4.1.2465—09

Издание официальное

Москва • 2009

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций диоксида азота в воздухе рабочей зоны по реакции с замещенным этилендиамином методом фотометрии

Методические указания
МУК 4.1.2465—09

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** массовых концентраций диоксида азота в воздухе рабочей зоны по реакции с замещенным этилендиамином методом фотометрии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—16 с.

1. Разработаны НИЦ «Экос» ЗАО «Алгама» (В. А. Смирнов) и ЦНИЛ филиала «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 впервые.

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 диоксида азота в воздухе рабочей зоны по реакции с замещенным этилендиамином методом фотометрии

Методические указания МУК 4.1.2465—09

1. Общие положения и область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нём диоксида азота методом фотометрии в диапазоне массовых концентраций от 1,0 до 20,0 мг/м^3.

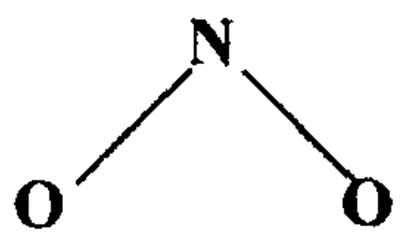
Погрешности измерений соответствуют характеристикам, приведенным в табл. 1.

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 (с изм. 1) «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны», 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 диоксида азота в воздухе рабочей зоны методом фотометрии предназначены для лабораторий «ФГУЗ ЦГиЭ», санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов и других заинтересованных министерств и ведомств.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула:



2.2. Эмпирическая формула: NO_2.

2.3. Молекулярная масса: 46,01.

2.4. Регистрационный номер CAS: 10102-44-0.

2.5. Физико-химические свойства

Диоксид азота – газ желто-бурого цвета с резким запахом.

Плотность 1,491 г/дм^3 (при 0 °С).

Температура плавления минус 11,2 °С, температура кипения минус 20,7 °С. При температуре выше 150 °С диоксид азота диссоциирует на оксид азота и кислород.

Растворяется в воде, взаимодействует с ней.

Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.6. Токсикологическая характеристика

Диоксид азота обладает выраженным раздражающим действием на дыхательные пути, что может привести к тяжелым случаям отека легких. Диоксид азота обладает и общетоксическим действием.

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

Класс опасности – 3.

3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

При соблюдении всех регламентных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$, не превышают значений, приведенных в табл. 1, для соответствующего диапазона измерений.

Таблица 1

Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Диапазон измерений массовых концентраций диоксида азота, мг/м^3	Доверительные границы относительной погрешности ±δ, % отн.	Предел повторяемости r_δ, % отн.	Предел воспроизводимости R_δ, % отн.
От 1,0 до 20,0 вкл.	19	4	18

4. Метод измерений

Измерение массовых концентраций диоксида азота выполняют методом фотометрии.

Метод основан на взаимодействии диоксида азота в кислой среде с сульфаниловой кислотой в результате чего образуется диазосоль, которая с N-(1-нафтил)-этилендиамин дигидрохлоридом дает красную окраску.

Измерение проводят на фотоэлектроколориметре при длине волны 540 нм, используя зеленый светофильтр.

Отбор проб проводят с концентрированием диоксида азота в поглотительные приборы Зайцева, заполненные поглотительным раствором.

Нижний предел измерения содержания диоксида азота в фотометрическом объеме – 0,5 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации диоксида азота в воздухе – 1,0 мг/м^3 (при отборе 1 дм^3 воздуха).

Определению мешают сероводород с 0,05 мг/м^3, сернистый газ с 0,4 мг/м^3, хлор с 0,02 мг/м^3, формальдегид с 0,08 мг/м^3.

Закись азота, трехокись азота и нитраты определению не мешают.

5. Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

5.1. Средства измерений

Колориметр фотоэлектрический типа КФК-3	ТУ 3-3.1766—82, Госреестр № 11598-02
Весы лабораторные высокого (II) класса точности с пределом взвешивания 200 г	ГОСТ 24104—2001, Госреестр № 19874-02
Гири, набор (1—100) г	ГОСТ 7328—2001
Термометр с ценой деления 1 °С	ГОСТ 27544—87, Госреестр № 251-90
Барометр-анероид	ГОСТ 6359—75, Госреестр № 5738-76
Психрометр аспирационный МВ-4М	ТУ 25.1607.054—85, Госреестр № 10069-01
Прибор для отбора проб воздуха типа ПА-40М-1	ГОСТ Р 51945—2002; ТУ 4215-008-39906142, Госреестр № 21456-06
Колбы мерные 2-100-2; 2-1000-2	ГОСТ 1770—74
Цилиндр мерный 1-250-2 или 3-250-2	ГОСТ 1770—74
Пипетки 1-2-2-1; 1-2-2-2; 1-2-2-5; 1-2-2-10	ГОСТ 29227—91
Секундомер типа СОПпр-2а	ТУ-25-1819.0021 Госреестр № 11519-01

5.2. Вспомогательное оборудование

Плитка электрическая с закрытой спиралью	ГОСТ 14919—83
Баня водяная	ТУ 64-1-2850—80
Заглушки стеклянные	ГОСТ 25336—82
Пробирки колориметрические П-2-10-14/23ХС	ГОСТ 1770—74
Колбы конические Кн-1-100, 250-14/23ТС	ГОСТ 25336—82
Зажим медицинский	МРТУ 42964—64
Поглотительные приборы Зайцева	ТУ 25-11-1081—75
Трубка резиновая медицинская	ГОСТ 3399—76

5.3. Реактивы и материалы

N-(1-нафтил)-этилендиамин дихлоргидрид, чда	ТУ 6-09-15-420—80
Натрий азотистокислый (натрия нитрит), чда	ГОСТ 4168—79
Кислота сульфаниловая, чда	ГОСТ 5821—78
Кислота уксусная ледяная, хч	ГОСТ 61—75
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Воронка Бюхнера	ГОСТ 25336—82
Стеклянные палочки	ГОСТ 25336—82
Фильтровальная бумага	ТУ 2642-001-42624157
Стандартный образец нитрит-ионов 7А с массовой концентрацией 1 мг/см^3 (ГСО 7021-93)	ГОСТ 8.568—97

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками и квалификаций не хуже приведенных в разделе 5.

6. Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать:

6.1. Требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007—76 и ГОСТ 12.1.005—88.

6.2. Меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90 при работе с горючими и вредными веществами.

6.3. Требования электробезопасности при работе с фотоэлектроколориметром по ГОСТ 12.1.019—79 и инструкциями по эксплуатации приборов.

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—90.

6.7. Работы, связанные с оксидами азота, следует проводить в соответствии с правилами безопасной работы в химической лаборатории и инструкцией 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, опыт работы в химической лаборатории, 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 имеющие 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 ополаскивают ацетоном для удаления органических примесей, несколько раз промывают водопроводной водой, заливают хромовой смесью и выдерживают 1 час. После этого посуду извлекают из хромовой смеси, ополаскивают несколько раз водопроводной, а затем дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу. Чистую посуду для анализа хранят в закрытом виде.

9.2. Приготовление растворов

Исходные стандартные растворы диоксида азота готовят одним из двух способов.

9.1.1. I способ.

Исходный стандартный раствор диоксида азота с массовой концентрацией 100 мкг/см^3 готовят растворением (0,0150 ± 0,0001) г перекристаллизованного и доведённого до постоянного веса нитрита натрия дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Раствор

годен к употреблению в течение 2-х недель. Хранить в темном прохладном месте.

9.1.2. II способ.

Исходный стандартный раствор диоксида азота с массовой концентрацией 100 мкг/см^3 готовят из ГСО 7021—93 (C_{am} = 1 мг/см^3) методом объёмного разбавления. Для этого вскрывают ампулу, содержимое выливают в сухой стакан, отбирают 5 см^3 стандартного образца (C_{am} = 1 мг/см^3) пипеткой вместимостью 5 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3, затем объём раствора доливают до метки дистиллированной водой.

Исходные стандартные растворы следует хранить в темноте и на холоде (+ 4 °С). Растворы устойчивы в течение 2-х недель.

9.1.3. Рабочий стандартный раствор диоксида азота.

Рабочий стандартный раствор с массовой концентрацией диоксида азота 2 мкг/см^3 готовят разбавлением 2 см^3 исходного стандартного раствора с массовой концентрацией диоксида азота 100 мкг/см^3 поглотительным раствором в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

Раствор используется свежеприготовленным.

9.2.4. N-(1-нафтил)-этилендиамин дихлоргидрид, 0,1 % раствор.

0,1 % раствор N-(1-нафтил)-этилендиамин дихлоргидрида готовят растворением 0,1 г вещества в 99,9 дм^3 дистиллированной воды.

При хранении в темном и прохладном месте раствор устойчив в течение двух недель.

9.2.5. Раствор сульфаниловой кислоты.

5 г сульфаниловой кислоты растворяют в 800 см^3 дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 , подкисляют 140 см^3 ледяной уксусной кислоты и раствор доводят до метки.

При хранении в темном и холодном месте раствор устойчив в течение двух недель.

9.2.6. Поглотительный раствор.

2 см^3 0,1 % раствора N-(1-нафтил)-этилендиамин дихлоргидрида в мерной колбе вместимостью 100 см^3 доводят до метки раствором сульфаниловой кислоты.

Реактив должен быть бесцветным. Его готовят непосредственно перед анализом.

9.2.7. Перекристаллизация нитрита натрия.

163 г нитрита натрия растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды, нагретой до кипения. Далее маточный раствор подвергают быстрому охлаждению с помощью льда или снега. Если кристаллы не выделяются, их образование вызывают потерев стеклянной палочкой о стенку сосуда. Выпавшие в осадок кристаллы отделяют путём фильтрования под ва-

куумом на воронке Бюхнера от маточного раствора. Отфильтрованный нитрит натрия высыпают на фильтровальную бумагу и сушат на воздухе. Хранят в закрытой ёмкости.

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 раствора от массы диоксида азота, устанавливают по шести сериям растворов из пяти параллельных определений для каждой серии согласно табл. 2.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении диоксида азота

Номер градуировочного раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем рабочего стандартного раствора с массовой концентрацией диоксида азота 2 мкг/см^3, см^3	0	0,25	0,5	1,0	2,0	3,0	5,0
Объем поглотительного раствора, см^3	5,0	4,75	4,5	4,0	3,0	2,0	0
Содержание диоксида азота, мкг	0	0,5	1,0	2,0	4,0	6,0	10,0

Градуировочные растворы используются в день приготовления.

Во все пробирки вносят соответствующие объемы рабочего стандартного раствора диоксида азота согласно табл. 2.

Растворы № 2, 3 готовят с помощью пипетки вместимостью 1 см^3, растворы № 4, 5 – с помощью пипетки вместимостью 5 см^3, раствор № 7 – пипеткой на 10 см^3.

Объём жидкости в пробирках доводят до 5 см^3 поглотительным раствором, затем растворы перемешивают и через 30 мин измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром при длине волны 540 нм в кювете с толщиной поглотительного слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения не содержащему исследуемого вещества (раствор № 1 по табл. 2).

Результаты измерений заносят в табл. 3.

Таблица 3

Результаты измерений градуировочных растворов

Содержание диоксида азота, 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. 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 – масса вещества в градуировочном растворе, мкг.

Коэффициенты a и $в$ рассчитывают по формулам:

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

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

n – количество измеряемых градуировочных растворов вещества;

m – количество параллельных измерений для одного градуировочного раствора вещества;

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

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

$$\left.\begin{array}{l} y_1^{теор} = a + в \cdot x_1 \\ y_2^{теор} = a + в \cdot x_2 \\ y_3^{теор} = a + в \cdot x_3 \\ \ldots\ldots\ldots\ldots \\ y_n^{теор} = a + в \cdot x_n \end{array}\right\} \qquad (4)$$

На основании полученных данных строят градуировочную характеристику.

Для этого на оси абсцисс откладывают значения x, мкг – массу вещества в градуировочном 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 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 п. 9.4 с содержанием диоксида азота 0,5; 4,0; 10,0 мкг.

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

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

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

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

$\sigma_I(\delta)$ – показатель внутрилабораторной прецизионности, обусловленный нестабильностью градуировочной характеристики, мкг, который рассчитывают по формуле:

$$\sigma_I(\delta) = \frac{\delta \cdot C \cdot 0{,}84}{1{,}96}, \text{ где} \qquad (6)$$

δ – доверительные границы относительной погрешности ($\delta = 0{,}19$), отн. единицы;

k – количество измерений градуировочного раствора определенной концентрации при контроле стабильности градуировочной характеристики ($k \geq 3$).

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

Контроль стабильности градуировочной характеристики может быть выполнен только для того диапазона концентраций, в котором реализуется данная методика анализа в конкретной лаборатории. В этом случае контроль стабильности ведется в трех точках диапазона измерений, реализуемого в 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. Отбор проб воздуха

Отбор проб следует проводить с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» (с изм. 1) 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».

Воздух с объемным расходом 0,2 дм^3/мин аспирируют через систему, состоящую из двух поглотительных приборов Зайцева, содержащих по 10 см^3 поглотительного раствора.

Для измерения ½ $ПДК_М$ диоксида азота следует отобрать 1 $дм^3$ воздуха. Отобранные пробы анализируются в день отбора.

10. Выполнение измерений

Пробы из первого и второго поглотительных приборов в количестве 5 $см^3$ переносят в пробирки и через 30 мин измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром при длине волны 540 нм в кювете с толщиной поглотительного слоя 10 мм по отношению к холостому раствору.

Количественное определение содержания диоксида азота (в мкг) в анализируемом объеме раствора пробы проводят по предварительно построенной градуировочной характеристике.

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию диоксида азота в воздухе рабочей зоны (C, $мг/м^3$) рассчитывают по формуле:

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

a_1 и a_2 – содержание диоксида азота в анализируемом объёме раствора, найденное по градуировочной характеристике в первом и втором поглотителях, мкг;

b – общий объём раствора пробы в каждом поглотительном приборе (10 $см^3$), $см^3$;

d – объём раствора пробы, используемый для анализа (в данном случае 5 $см^3$), $см^3$;

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

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

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

V_t – объем 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

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

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

$\overline{C}$ – среднее арифметическое значение результатов *n* определений, мг/м^3;

δ – доверительные границы относительной погрешности, % (табл. 1).

Числовое значение результатов измерений округляют до двух значащих цифр после запятой в диапазоне измерений (1—2) мг/м^3 и до одной значащей цифры – в диапазоне более 2 мг/м^3.

В случае, если концентрация диоксида азота в воздухе рабочей зоны ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация диоксида азота в воздухе рабочей зоны менее 1,0 мг/м^3 (более 20,0 мг/м^3)».

Результаты измерений оформляют записью в журнале.

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. «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений», используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по 6.2.3. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых 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.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 2 часа.

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 6359—75. Барографы метеорологические анероидные.

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

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

7. ГОСТ 8.568—97. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

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

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

10. ГОСТ . Баня водяная.

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

12. ГОСТ 29227—91. Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

13. ГОСТ 12.1.016—79. Система стандартов безопасности труда. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ.

14. ГОСТ 12.1.019—79. Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования.

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

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

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

18. ГОСТ 12.4.009—89. ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

19. ГОСТ Р 8.563—96 (с изм. 1, 2). ГСИ. Методики выполнения измерений.

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

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

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

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

24. ГОСТ 4168—79. Реактивы. Натрий азотнокислый. Технические условия.

25. ГОСТ 5821—78. Реактивы. Кислота сульфаниловая. Технические условия.

26. ГОСТ 61—75. Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия.

27. ТУ 64-1-2850—80. Бани водяные лабораторные (2Т2.988.001ТУ).

28. ТУ 6-09-2544. N-(1-нафтил)-этилендиамин дигидрохлорид. Технические условия.

29. ТУ 3-3.1766—82. Колориметр фотоэлектрический. Технические условия.

30. МРТУ42964—64. Зажим медицинский. Технические условия.

31. ТУ 25.1607.054—85. Психрометр аспирационный. Технические условия.

32. ТУ 25-11-1081—75. Поглотители. Технические условия.

33. ТУ 25-1819.0021. Секундомер. Технические условия.