Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций 2-метил-1,3,5-тринитробензола (тринитротолуол, ТНТ) в пыли взрывчатых веществ воздуха рабочей зоны методом фотометрии

Методические указания
МУК 4.1.2467—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 2-метил-1,3,5-тринитробензола (тринитротолуол, ТНТ) в пыли взрывчатых веществ воздуха рабочей зоны методом фотометрии

Методические указания
МУК 4.1.2467—09

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** массовых концентраций 2-метил-1,3,5-тринитробензола (тринитротолуол, ТНТ) в пыли взрывчатых веществ воздуха рабочей зоны методом фотометрии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—16 с.

1. Разработаны НИЦ «Экос» ЗАО «Алгама» (В. А. Смирнов); 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 взамен МУ № 1693а—77 «Методические указания на фотометрическое определение тринитротолуола в воздухе», утв. 18 апреля 1977 г. зам. Главного государственного санитарного врача СССР А. И. Заиченко.

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 2-метил-1,3,5-тринитробензола (тринитротолуол, ТНТ) в пыли взрывчатых веществ воздуха рабочей зоны методом фотометрии

Методические указания МУК 4.1.2467—09

1. Общие положения и область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем ТНТ методом фотометрии в диапазоне массовых концентраций от 0,05 до 1,5 мг/м^3.

Погрешность измерений соответствует характеристикам, приведенным в табл. 1.

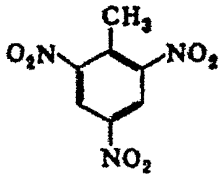
Методические указания разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.016—79 «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ» (с изм. 1), ГОСТ 12.1.005—88 (с изм. 1) «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.» (с изм. 1), ГОСТ Р 8.563—96 «ГСИ. Методики выполнения измерений» (с измн. 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 ТНТ в воздухе рабочей зоны методом фотометрии предназначены для лабораторий «ФГУЗ ЦГиЭ», санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием ТНТ в воз-

духе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов и других заинтересованных министерств и ведомств.

2. Характеристика вещества

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_7H_5N_3O_6$.

Молекулярная масса: 227,14.

Регистрационный номер CAS: 118-96-7.

Физико-химические свойства

ТНТ – бесцветные или желтоватые кристаллы, постепенно темнеющие на воздухе, плотность 1,654 г/см^3, температура плавления (81—82) °С, температура кипения 240 °С (со взрывом). Трудно растворим в воде – 0,021 % при 15 °С. Растворим в органических растворителях (этаноле, ацетоне). Растворимость в этаноле 1,6 % при 22 °С.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

Токсикологическая характеристика

ТНТ обладает общим характером токсического действия. Вызывает поражение печени и катаракту.

Максимальная разовая предельно допустимая концентрация ($ПДК_м$) ТНТ в воздухе рабочей зоны 0,5 мг/м^3.

Среднесменная предельно допустимая концентрация ($ПДК_{сс}$) ТНТ в воздухе рабочей зоны 0,1 мг/м^3.

ТНТ относится к веществам второго класса опасности.

3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Настоящая методика определения ТНТ обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, значения которых не превышают представленных в табл. 1 для соответствующих диапазонов измерений (при $P = 0,95$).

Таблица 1

Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Диапазон измерений массовых концентраций ТНТ, мг/м^3	Доверительные границы относительной погрешности ±δ, % отн.	Предел повторяемости r_δ, % отн.	Предел воспроизводимости R_δ, % отн.
От 0,05 до 0,60 вкл.	23	10	23
От 0,60 до 1,5 вкл.	15	10	13

4. Метод измерений

Измерения массовых концентраций ТНТ выполняют методом фотометрии.

Метод основан на фотометрическом определении окрашенных в розовый цвет растворов, образующихся при действии щелочи на спиртовой раствор ТНТ.

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

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр АФА-ВП-10.

Нижний предел измерения содержания ТНТ в анализируемом объёме пробы – 1 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации ТНТ в воздухе – 0,05 мг/м^3 (при отборе 20 дм^3 воздуха).

Определению мешают другие ароматические полинитросоединения. Динитробензол не мешает определению ТНТ.

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
Колбы мерные 3-25-2; 3-50-2; 3-100-2	ГОСТ 1770—74
Пипетки градуированные 2-1-1-0,5; 1-2-2-1; 1-2-2-5; 2-2-2-10	ГОСТ 29227—91
Колбы конические П-1-50-22ТХС	ГОСТ 25336—82
Прибор для отбора проб воздуха типа ПА-40М-1	ГОСТ Р 51945—2002; ТУ 4215-008-39906142, Госреестр № 21456-06
Секундомер	ТУ 25-1819.0021—90, Госреестр № 11519-06

5.2. Вспомогательное оборудование

Пробирки колориметрические П-2-10-14/23ХС	ГОСТ 1770—74
Палочки стеклянные	ГОСТ 25336—82
Бюксы стеклянные СВ 19/19, СВ 24/10	ГОСТ 25336—82
Воронки химические В-30-50-ХС	ГОСТ 25336—82
Фильтр АФА-ВП-10	ТУ 95 1892—89
Фильтродержатель ИРА	ТУ 95 1021—82
Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента»	ТУ 6-09-1678—77

5.2. Реактивы и материалы

Тринитротолуол (тротил) с содержанием основного вещества согласно паспорта на партию вещества	ГОСТ 4117—78
Спирт этиловый (ректификат)	ГОСТ 18300—87
Гидроксид натрия, ч.д.а.	ГОСТ 4328—77
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками и квалификаций не ниже 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 и ГОСТ 12.1.005;

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

6.3. Требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019 и инструкции по эксплуатации при выполнении измерений с использованием фотоэлектроколориметра;

6.4. Требования, изложенные в эксплуатационной документации на средства измерений и вспомогательное оборудование.

6.5. 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.

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

6.7. Работы, связанные с измерением содержания ТНТ, следует проводить в соответствии с правилами безопасной работы со взрывчатыми веществами, требованиями безопасной работы в химической лаборатории и инструкцией по технике безопасности для работников химической лаборатории предприятия.

6.8. Тринитротолуол или другое ВВ должны храниться в специальных картонных коробках, в сейфе. Ключ от сейфа должен находиться у заведующего (начальника) лаборатории. Масса ТНТ или другого ВВ, взятая для приготовления стандартного раствора, не должны превышать 1,0 г.

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.)	4,0—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

9.2. 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

9.2.1. Основной стандартный раствор ТНТ № 1

Основной стандартный раствор ТНТ № 1 с массовой концентрацией вещества 100 мкг/см^3 готовят в мерной колбе вместимостью 100 см^3 путём растворения в этиловом спирте навески ТНТ, взятой с точностью ± 0,0001 мг, определённого количества ТНТ с учётом его содержания в стандартном образце.

Масса навески ТНТ (m), необходимая для приготовления заданного раствора, рассчитывается по формуле:

$$m = \frac{C \cdot V}{b \cdot 1\,000}, \text{ мг, где} \qquad (1)$$

C – массовая концентрация основного стандартного раствора ТНТ № 1 (100 мкг/см^3);

V – объем приготавливаемого стандартного раствора, 100 см^3;

b – коэффициент, отражающий содержание ТНТ в стандартном образце (доли единицы);

1 000 – коэффициент пересчета мкг на мг.

Срок хранения раствора один месяц при условии его хранения в склянке из темного стекла с пришлифованной пробкой в холодильнике при температуре 4 °С.

9.2.2. Натрия гидроксид, 5 % раствор. Готовят растворением 5,00 г вещества в 95 см^3 дистиллированной воды. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде в течение одного месяца.

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 ТНТ, устанавливают по шести сериям растворов из 5 параллельных определений для каждой серии согласно табл. 2.

Рабочие стандартные растворы готовят в мерных колбах вместимостью 25 см^3. Для этого в каждую колбу, содержащую по 10—15 см^3 этилового спирта, вносят пипеткой основной стандартный раствор ТНТ № 1 в соответствии с табл. 2, приливают этиловый спирт до 25 см^3 и перемешивают. Раствор № 2 готовят с помощью пипетки вместимостью 1 см^3, растворы № 3 и 4 с помощью пипетки вместимостью 5 см^3, растворы № 5—№ 7 – пипеткой вместимостью 10 см^3.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении ТНТ

№ раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем основного стандартного раствора № 1 с массовой концентрацией ТНТ 100 мкг/см^3, см^3	0	0,5	1,5	2,5	5	10	15
Этиловый спирт, см^3	Доводят до метки мерной колбы, вместимостью 25 см^3						
Концентрация рабочего стандартного раствора ТНТ, мкг/см^3	0	2	6	10	20	40	60
Содержание ТНТ в градуировочных растворах, мкг	0	1	3	5	10	20	30

Градуировочные растворы устойчивы в течение рабочего дня.

Для получения исходных данных, на основании которых устанавливают градуировочную характеристику, на каждый фильтр АФА-ВП-10, предварительно помещенный в бюкс, наносят каплями по 0,5 см^3 соответствующего рабочего стандартного раствора, используя пипетку вместимостью 0,5 см^3. Затем фильтры подсушивают на воздухе при комнатной температуре. Каждый подсушенный фильтр обрабатывают 5 см^3 этилового спирта, периодически помешивая стеклянной палочкой, выдерживают раствор с фильтром в течение 15 минут и сливают раствор в пробирку. Аналогичным образом проводят повторную экстракцию

ТНТ с фильтра. Растворы объединяют, отжимая фильтр стеклянной палочкой. Объем раствора доводят до 10 см^3 этиловым спиртом.

В подготовленные градуировочные растворы добавляют по 0,1 см^3 раствора гидроксида натрия с массовой долей 5 %, растворы перемешивают.

Через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной поглощающего слоя 20 мм при длине волны 540 нм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (раствор № 1 по табл. 2).

Результаты измерений заносят в таблицу 3.

Таблица 3

Результаты измерений градуировочных растворов

Содержание ТНТ, 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:

$$y = a + в \cdot x, \text{ где} \qquad (2)$$

y – измеренное значение оптической плотности градуировочного раствора;

a и $в$ – коэффициенты регрессии;

x – масса ТНТ в градуировочном растворе, мкг.

Коэффициенты a и $в$ рассчитывают по формулам:

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

$$в = \frac{n \cdot \sum_{i=1}^{n} x_i \cdot \overline{y}_m - \sum_{i=1}^{n} x_i \cdot \sum_{i=1}^{n} \overline{y}_m}{n \cdot \sum_{i=1}^{n} x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} x_i\right)^2}, \text{ где} \quad (4)$$

n – количество градуировочных растворов ТНТ;

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

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

Полученные коэффициенты a и $в$ подставляют в формулу (2) и рассчитывают

$$\left.\begin{aligned} y_1^{теор} &= a + в \cdot x_1 \\ y_n^{теор} &= a + в \cdot x_n \end{aligned}\right\} \quad (5)$$

На основании полученных данных строят градуировочную характеристику.

Для этого на оси абсцисс откладывают значения x, мкг – содержание ТНТ в растворе, указанные в табл. 3, а на оси ординат – $y^{теор}$ – значения оптической плотности растворов, найденные по формуле (5).

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, но не реже 1 раза в три месяца.

Для контроля стабильности используют градуировочные растворы, приготовленные по 9.4 с содержанием ТНТ 1,0; 10,0; 30,0 мкг. Измерение каждого градуировочного раствора проводят не менее трёх раз.

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

$$\left|\overline{X} - C\right| \le 1,64 \cdot \frac{\sigma_r}{\sqrt{n}}, \text{ мкг}, P = 0,90, \text{ где} \quad (6)$$

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

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

σ_r – показатель внутрилабораторной прецизионности, обусловленный нестабильностью градуировочной характеристики, мкг, который рассчитывают по формуле:

$$\sigma_r = \frac{\delta \cdot C \cdot 0,84}{1,96}, \text{ мкг, где} \quad (7)$$

δ – доверительные границы относительной погрешности, отн. единицы;

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

Контроль стабильности градуировочной характеристики может быть выполнен только для того диапазона измерений, в котором реализуется данная методика анализа в конкретной лаборатории.

Для контроля стабильности в данном случае выбираются три точки диапазона измерений, соответствующие (6,5 ± 2,5), (35 ± 5), (95 ± 5) % этого диапазона.

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.

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

9.5. Отбор проб воздуха

Отбор проб проводят с учетом требований ГОСТ 12.1.005 и Р 2.2.2006—05 (прилож. 9, обязательное, п. 2 и 3).

Воздух с объёмным расходом 4 $дм^3$/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, помещенный в фильтродержатель в течение 5 мин. Для измерения ТНТ в диапазоне концентраций от 0,05 до 1,5 $мг/м^3$ достаточно отобрать 20 $дм^3$ воздуха.

При отборе измеряют расход (по показаниям ротаметра), время, атмосферное давление, температуру воздуха.

Экспонированные фильтры складывают пополам запыленной поверхностью внутрь, затем помещают в конверт из кальки или полиэтилена и заворачивают в черную бумагу. До проведения экстракции фильтры могут храниться не более 30 дней при температуре не выше 10 °С и в темном месте.

10. Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой переносят в бюкс, вместимостью 25 $см^3$, приливают 5 $см^3$ этилового спирта 96 % и оставляют на 15 мин. Периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр тщательно отжимают, раствор сливают в пробирку. Фильтр повторно обрабатывают 5 $см^3$ того же растворителя, снова тщательно отжимают и удаляют. Далее раствор фильтруют на химической воронке через бумажный фильтр «белая лента» в пробирку с пришлифованной пробкой вместимостью 10 $см^3$, раствор доводят до 10 $см^3$ этиловым спиртом. Анализ проводят аналогично построению градуировочной характеристики.

В пробирку добавляют 0,1 $см^3$ раствора гидроксида натрия с массовой долей 5 %, перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность анализируемого раствора в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм при длине волны 540 нм по отношению к раствору сравнения, используя фильтр АФА-ВП-10. Раствор сравнения необходимо предварительно профильтровать через фильтр «белая лента».

Количественное определение содержания ТНТ проводят по предварительно построенной градуировочной характеристике.

Примечание: фильтрование растворов анализируемых проб проводится для удаления нерастворимой в этиловом спирте сопутствующей пыли.

11. Вычисление результатов измерений

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

$$C = \frac{a}{V_{20}}, \text{ где} \quad (8)$$

a – содержание ТНТ в анализируемом объеме пробы, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

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. .) производят по формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33}, \text{ где} \quad (9)$$

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:

$$\overline{C} \pm 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{C} \text{ при } P = 0,95, \text{ где} \quad (10)$$

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

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

Результат измерений округляют до трех значащих цифр после запятой в диапазоне измерений (0,05—0,10) мг/м^3 и до двух значащих цифр – в диапазоне 0,10—1,50 мг/м^3.

Результаты измерений оформляют записью в журнале.

В случае, если значение массовой концентрации ТНТ в воздухе рабочей зоны ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация ТНТ в воздухе рабочей зоны менее 0,05 мг/м^3 (более 1,5 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. «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений», используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по п. 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 1 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 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 6709—72. Вода дистиллированная. Технические условия.

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

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

10. ГОСТ 4117—78. Тротил для промышленных взрывчатых веществ. Технические условия.

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

12. ГОСТ 18300—87. Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

13. ГОСТ 12.0.004—90. Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда.

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. ТУ 3-3.1766—82. Колориметр фотоэлектрический.

24. ТУ 25-1819.0021—90. Секундомер.

25. ТУ 25.1607.054—85. Психрометр аспирационный.

26. ТУ 95 1021—82. Фильтродержатели. Технические условия.

27. ТУ 95 1892—89. Фильтры аналитические АФА. Технические условия.

28. ТУ 6-09-16-78—77. Фильтры обессоленные. «Белая лента». «Синяя лента».

29. ТУ 4215-008-39906142—01. Прибор для отбора проб воздуха типа ПА-300М, ПА-40М

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

31. МУ № 1693а—77. Методические указания на фотометрическое определение тринитротолуола в воздухе