

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ  
ЭПИХЛОРГИДРИНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ  
ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ**

Методические указания по методам контроля

МУК 4.1. 036 - 17

Издание официальное

## ПРЕДИСЛОВИЕ

1. Методические указания разработаны Федеральным государственным бюджетным учреждением Государственным научным центром «Федеральный медицинский биофизический центр им. А.И. Бурназяна» (С.В. Смирнова, Л.М. Разбитная, Л.И. Иванецкая).
2. Методика измерения аттестована в соответствии с требованиями федерального закона от 26.06.2008 № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений», ГОСТ Р 8.563-2009 и ГОСТ Р ИСО 5725-2002 в Федеральном государственном бюджетном учреждении «Государственный научный центр Российской Федерации - Федеральный медицинский биофизический центр им. А.И. Бурназяна», свидетельство об аттестации № 14-6/31.RA.RU.311295-2015 от 25.10.2015.
3. Рекомендованы к утверждению Подкомиссией по специальному нормированию ФМБА России (протокол № 03/2017 от 22.05.2017 г).
4. Утверждены Заместителем руководителя Федерального медико-биологического агентства, Главным государственным санитарным врачом по обслуживаемым организациям и обслуживаемым территориям В.В. Романовым.
5. Введены в действие с момента утверждения.
6. Вводятся взамен МУК 4.1.058-10 «Методика измерений массовой концентрации эпихлоргидрина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом».

## СОДЕРЖАНИЕ

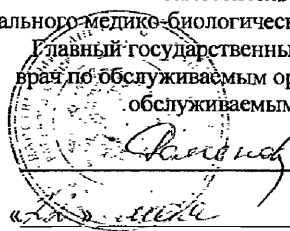
1. Область применения.....	4
2. Нормативные ссылки.....	5
3. Термины, определения и сокращения.....	7
4. Общие положения.....	7
4.1. Физико-химические и токсические свойства эпихлоргидрина.....	7
4.2. Метод измерений.....	8
4.3. Требования к показателям точности и правильности измерений.....	8
5. Средства измерений, вспомогательные устройства и материалы, реактивы.....	8
5.1. Средства измерений.....	9
5.2. Вспомогательные устройства и материалы.....	9
5.3. Реактивы.....	9
6. Требования безопасности, охраны окружающей среды.....	10
7. Требования к квалификации лиц, выполняющих измерения.....	11
8. Требования к условиям измерений.....	11
9. Подготовка к выполнению измерений.....	11
9.1. Подготовка фотометра к работе.....	11
9.2. Подготовка пробоотборного устройства ПУ-4Э к работе.....	11
9.3. Подготовка лабораторной посуды.....	11
9.4. Приготовление растворов.....	11
10. Отбор и хранение проб.....	12
11. Выполнение измерений.....	13
11.1. Построение градуировочного графика.....	13
11.2. Контроль стабильности градуировочного графика.....	14
11.3. Проведение анализа.....	15
12. Обработка и оформление результатов измерений.....	15
13. Оценка приемлемости результатов, получаемых в условиях воспроизводимости.....	16
14. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории.....	16
Библиография.....	18
Приложение. Расчет метрологических характеристик аттестованных растворов эпихлоргидрина.....	19

Свидетельство об аттестации №

Приложение к свидетельству об аттестации

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель руководителя  
Федерального медико-биологического агентства  
Главный государственный санитарный  
врач по обслуживаемым организациям и  
обслуживаемым территориям



В.В. Романов

2017 г.

Дата введения: с момента утверждения

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

### МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ЭПИХЛОРГИДРИНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ ФОТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Методические указания по методам контроля

МУК 4.1.0 *36* - 17

## 1. ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

1.1. Методические указания по методам контроля устанавливают фотометрическую методику измерений массовой концентрации эпихлоргидрина в разовых пробах воздуха рабочей зоны в диапазоне концентраций «от 0,5 до 10,0 мг/м<sup>3</sup> включительно».

1.2. Методика измерения предназначена для применения в лабораториях научно-исследовательских организаций и центров гигиены и эпидемиологии ФМБА России, осуществляющих оценку соответствия гигиеническому нормативу содержания эпихлоргидрина в пробах воздуха рабочей зоны, а также может быть использована в производственных лабораториях иных предприятий, специализирующихся на проведении аналогичных исследований.



КОПИЯ

Заместитель начальника  
отдела организации надзора  
за химической безопасностью  
Управления госсанэпиднадзора  
ФМБА России

С.А. Чеканов

16.06.2017

## 2. НОРМАТИВНЫЕ ССЫЛКИ

В настоящих методических указаниях по методам контроля использованы ссылки на следующие нормативные документы:

2.1. ГОСТ 1.5-2001 Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Общие требования к построению, изложению, оформлению, содержанию и обозначению.

2.2. ГОСТ 8.417-2002 Межгосударственный стандарт. Государственная система обеспечения единства измерений. Единицы величин.

2.3. ГОСТ 12.0.003-74 Система стандартов безопасности труда. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация.

2.4. ГОСТ 12.0.004-90 Межгосударственный стандарт. Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда. Общие положения.

2.5. ГОСТ 12.1.004-91 Межгосударственный стандарт. Система стандартов безопасности труда. Пожарная безопасность. Общие требования.

2.6. ГОСТ 12.1.005-88 Межгосударственный стандарт. Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

2.7. ГОСТ 12.1.007-76 ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

2.8. ГОСТ 12.1.010-76 Межгосударственный стандарт. Система стандартов безопасности труда. Взрывобезопасность. Общие требования.

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

2.10. ГОСТ 12.4.021-75\* Система стандартов безопасности труда. Системы вентиляционные. Общие требования.

2.11. ГОСТ 1770-74 (ИСО 1042-83, ИСО 4788-80) Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

2.12. ГОСТ 2184-2013 Кислота серная техническая.

2.13. ГОСТ 4220-75 Реактивы. Калий двухромовокислый. Технические условия.

2.14. ГОСТ 5556-81 Государственный стандарт Союза ССР. Вата медицинская гигроскопическая. Технические условия.

2.15. ГОСТ 5789 – 78 Реактивы. Толуол. Технические условия.

2.16. ГОСТ 6709-72 Вода дистиллированная. Технические условия.

2.17. ГОСТ 15150-69 Межгосударственный стандарт. Машины, приборы и другие технические изделия исполнения для различных климатических районов. Категории,

условия эксплуатации, хранения и транспортирования в части воздействия климатических факторов внешней среды.

2.18. ГОСТ 29227-91 (ИСО 835-1-81) Межгосударственный стандарт. Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования.

2.19. ГОСТ Р 1.4-2004 Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты организации. Общие положения.

2.20. ГОСТ Р 1.5-2012 Национальный стандарт Российской Федерации. Стандартизация в Российской Федерации. Стандарты национальные. Правила построения, изложения, оформления и обозначения.

2.21. ГОСТ Р 8.563-2009 Национальный стандарт Российской Федерации. Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений.

2.22. ГОСТ Р 8.736-2011. Национальный стандарт Российской Федерации. Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения.

2.23. ГОСТ Р 12.1.019-2009 Национальный стандарт Российской Федерации. Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования и номенклатура видов защиты.

2.24. ГОСТ Р 12.4.291-2015 Система стандартов безопасности труда. Автономные изолирующие средства индивидуальной защиты органов дыхания. Метод определения температуры вдыхаемой газовой дыхательной смеси.

2.25. ГОСТ Р ИСО 5725-1-2002. Государственный стандарт Российской Федерации. Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 1. Основные положения и определения.

2.26. ГОСТ Р 53228-2008. Национальный стандарт Российской Федерации. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания.

2.27. ГОСТ Р 56389-2015 Национальный стандарт Российской Федерации. Спирт этиловый ректификованный из пищевого сырья «Классический». Технические условия.

*Примечание* – При пользовании настоящей методикой целесообразно проверить действие ссылочных стандартов в информационной системе общего пользования – на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет или по ежегодно издаваемому указателю «Национальные стандарты», который опубликован по состоянию на 1 января текущего года, и по соответствующим ежемесячно издаваемым информационным указателям, опубликованным в текущем году. Если

ссылочный документ заменён (изменён), то при пользовании настоящей методикой следует руководствоваться заменяющим (изменённым) документом. Если ссылочный документ отменён без замены, то положение, в котором дана ссылка на него, применяется в части, не затрагивающей эту ссылку.

### 3. ТЕРМИНЫ, ОПРЕДЕЛЕНИЯ И СОКРАЩЕНИЯ

В настоящем документе применяют следующие термины с соответствующими им определениями:

**аттестация методик (методов) измерений** - исследование и подтверждение соответствия методик (методов) измерений установленным метрологическим требованиям к измерениям (Федеральный закон от 26 июня 2008 № 102 ФЗ «Об обеспечении единства измерений»);

**методика (метод) измерений** - совокупность конкретно описанных операций, выполнение которых обеспечивает получение результатов измерений с установленными показателями точности (Федеральный закон от 26 июня 2008 № 102 ФЗ «Об обеспечении единства измерений»);

**результат измерений** - значение характеристики, полученное выполнением регламентированного метода измерений (ГОСТ Р ИСО 5725 – 1);

**показатель точности измерений** - установленная характеристика точности любого результата измерений, полученного при соблюдении требований и правил данной методики измерений (ГОСТ Р 8.563);

**методические указания по методам контроля (МУК)** - документ, содержащий обязательные для исполнения требования к методам контроля и методикам качественного и количественного определения химических, биологических и физических факторов среды обитания человека, оказывающих или которые могут оказать опасное и вредное влияние на здоровье населения (Р 1.1.002, Р1.1.003 ) [1,2].

### 4. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

#### 4.1. Физико-химические и токсические свойства эпихлоргидрина

Эпихлоргидрин (3-хлор-1,2-эпоксипропан).

Молекулярная масса 92,52

Температура плавления, °С 25,6

Температура кипения, °С 117

Плотность 1,18

Эпихлоргидрин – бесцветная прозрачная жидкость [3,4].

Применяется в производстве эпоксидных смол, глицерина, является вулканизирующим агентом этилен-пропиленовых каучуков и растворителем эфиров целлюлозы.

Величина предельно допустимой концентрации эпихлоргидрина в воздухе рабочей зоны  $2/1 \text{ мг/м}^3$  (максимальная разовая/среднесменная ПДК), 2 класс опасности (ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны»).

#### 4.2. Метод измерений

Определение основано на гидратации эпихлоргидрина, окислении йодной кислотой до формальдегида и взаимодействии последнего с хромотроповой кислотой с последующим фотометрированием образовавшегося окрашенного комплекса при длине волны 570 нм на фотометре КФК-3М.

Предел обнаружения 1 мкг в анализируемом объеме раствора.

Определению мешают формальдегид, окись этилена, этиленгликоль, глицидол, глицерин и другие многоатомные спирты, содержащие гидроксильные группы у соседних атомов углерода.

#### 4.3. Требования к показателям точности и правильности измерений

Методика выполнения измерений обеспечивает получение результатов с погрешностью, не превышающей значений, представленных в таблице 1.

Таблица 1- Диапазон измерений, значения показателей точности и правильности методики

Диапазон измерений $\text{мг/м}^3$	Показатель точности (границы относительной погрешности методики), $\pm \delta\%$	Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности), $\pm \delta_c\%$
от 0,5 до 10,0 вкл.	25	12

Значения показателя точности методики используют при:

- оформлении результатов измерений, выдаваемых лабораторией;
- оценке деятельности лабораторий на качество проведения испытаний;
- оценке возможности использования результатов измерений при реализации методики выполнения измерений в конкретной лаборатории.

### 5. СРЕДСТВА ИЗМЕРЕНИЙ, ВСПОМОГАТЕЛЬНЫЕ УСТРОЙСТВА И МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

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



## 5.1. Средства измерений

Таблица 2 – Средства измерений

Наименование средства измерения (обозначение стандарта, ТУ, ТД на СИ)	Наименование измеряемой величины	Погрешность
Фотометр марки КФК-3 ТУ 3-3.2164-89 [4]	оптическая плотность	3,0%
Весы аналитические типа AP250D OHAUS	миллиграмм	0,75
Пипетки мерные ГОСТ 29227-91 4-2-1 4-2-5 6-2-10	кубический сантиметр	±0,01 ±0,02 ±0,05
Колбы мерные ГОСТ 1770-74 2-50-2 2-100-2	кубический сантиметр	±0,12 ±0,2
Электрическое пробоотборное устройство ПУ-4Э ТУ 4215-000 11696625-95 [5]	кубический метр	5%
ГСО Эпихлоргидрин «Экоаналитика»		

## 5.2. Вспомогательные устройства и материалы

Поглотительные приборы «кипящего слоя»	ТУ 6-09-1426-76 [6]
Пробирки градуированные с пришлифованными пробками емкостью 10 см <sup>3</sup> , делениями 0,1 см <sup>3</sup>	ГОСТ-1770-74Е
Стакан лабораторный термостойкий емкостью 50,100 см <sup>3</sup>	ГОСТ 25336-82
Дистиллятор ДЭ- 40	ТУ9452-002-22213860-00[7]
Баня водяная с электроподогревом	ТУ 64-12850-80 [8]
Плитка электрическая	ГОСТ 1419-83
Штативы для пробирок	ТУ 64-1707-61 [9]

## 5.3. Реактивы

ГСО эпихлоргидрина	
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709-72
Кислота серная о.с.ч.	ГОСТ 4204-77
Натрий сернистокислый, ч.д.а.	ГОСТ 195-77.
Калий йоднокислый мета, ч.д.а.	ТУ 6-09-02-364-99[11]
Хромотроповая кислота или ее динатриевая соль, ч.д.а.	ТУ 6-09-05-1371-88[12]
Кислота серная техническая	ГОСТ 2184-2013
Калий двухромовокислый	ГОСТ 4220-75

Примечание: Допускается применение иных средств измерения, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов, обеспечивающих показатели точности, установленные данной МВИ.

## 6. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ, ОХРАНЫ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

К работе допускаются лица, сдавшие экзамен по технике безопасности согласно ГОСТ 12.0.004.

Работы при подготовке и проведении измерений проводятся в соответствии с требованиями безопасности при работе в химической лаборатории (ГОСТ 12.0.003), с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.021 и ГОСТ 12.4.007, при эксплуатации электрооборудования ГОСТ 12.1.019.

В помещениях для производства работ должны выполняться общие требования пожаро-и-взрывобезопасности, установленные в ГОСТ 12.1.010 и ГОСТ 12.1.004.

Все работы с эпихлоргидрином проводят в вытяжном шкафу, при включенной вентиляции в спецодежде: халат, защитные очки, резиновые перчатки.

В комнате в период работы не должно быть источника открытого пламени, включенных электроприборов с открытой спиралью.

Около работающего должны находиться средства тушения пожара: песок, асбестовое одеяло, совок, углекислотный огнетушитель. Поблизости должны быть противогаз и средства дегазации.

При работе и хранении запрещается размещать ёмкости с продуктом рядом с легкоокисляющимися веществами, концентрированными кислотами и органическими соединениями.

На рабочем месте продукт хранить в вытяжном шкафу в опечатанном ящике, сейфе. Норма хранения на рабочем месте не более 10см<sup>3</sup>.

После окончания работ провести дегазацию рабочего места, посуды, средств защиты с помощью большого количества воды.

При проливах эпихлоргидрина продукт собирают в отдельную посуду для отходов, а загрязненное место промывают большим количеством воды.

Отработанные растворы сливают в специальную емкость, разбавляют до величины гигиенического норматива и сливают в канализацию.

При попадании продукта в глаза и на кожу, промыть большим количеством воды или слабым раствором бикарбоната натрия.

## 7. ТРЕБОВАНИЯ К КВАЛИФИКАЦИИ ЛИЦ, ВЫПОЛНЯЮЩИХ ИЗМЕРЕНИЯ

К выполнению измерений и обработке их результатов могут быть допущены лица, имеющие квалификацию лаборанта-химика, ознакомленного с действующими правилами безопасности.

## 8. ТРЕБОВАНИЯ К УСЛОВИЯМ ИЗМЕРЕНИЙ

Температура окружающего воздуха	от +10 <sup>0</sup> С до +35 <sup>0</sup> С;
Атмосферное давление	от 630 до 800 мм.рт.ст;
Относительная влажность воздуха	от 65 % до 75%;
Напряжение в сети, вольт	от 220 в до 240 в

## 9. ПОДГОТОВКА К ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ

### 9.1. Подготовка фотометра к работе

Подготовка фотометра к работе и вывод прибора на рабочий режим осуществляется в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

### 9.2. Подготовка пробоотборного устройства ПУ-4Э к работе

Подготовка пробоотборного устройства к работе и вывод прибора на рабочий режим осуществляется в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

### 9.3. Подготовка лабораторной посуды

Стеклянную посуду ополаскивают водой, вливают небольшими порциями хромовую смесь в таком количестве, чтобы она занимала примерно одну четвертую часть её объёма и осторожно обмывают смесью стенки сосуда, наклоняя и поворачивая его во все стороны. Затем смеси дают стечь на дно и сливают обратно в склянку для хранения. Обработанную смесь посуду тщательно, многократно обмывают водопроводной водой, набирая полные емкости. После этого посуду необходимо трижды ополоснуть дистиллированной водой и поставить сушиться. При этом дистиллированная вода должна равномерно смачивать стенки посуды и стекать с них не оставляя капель.

### 9.4. Приготовление растворов

#### 9.4.1. Приготовление рабочего раствора эпихлоргидрина

Вскрыть ампулу ГСО с содержанием эпихлоргидрина 1 мг/см<sup>3</sup>, 2 см<sup>3</sup> раствора довести до 100 см<sup>3</sup> дистиллированной водой. Содержание эпихлоргидрина составляет 20 мкг/см<sup>3</sup>.

Рабочий аттестованный раствор готовится перед употреблением и устойчив в течение двух недель.

Характеристики погрешности аттестованных значений массовых концентраций 1,1-диметилгидразина в растворах рассчитывают по процедуре приготовления в соответствии с РМГ 60 [9]. Формулы расчета представлены в Приложении.

#### **9.4.2 Приготовление 10% раствора серной кислоты (по объему)**

В колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> наливают около 80 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, медленно при перемешивании добавляют 10 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, доводят объем до метки дистиллированной водой и вновь перемешивают. Раствор устойчив в течение года.

#### **9.4.3 Приготовление 40% раствора серной кислоты (по объему)**

В колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> наливают около 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, медленно при перемешивании добавляют 40 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, доводят объем до метки дистиллированной водой и вновь перемешивают. Раствор устойчив в течение года.

#### **9.4.4 Приготовление 50% раствора натрия сернистокислого**

К 50 г сульфита натрия приливают при нагревании 50 см<sup>3</sup> дистиллированной воды. Раствор пригоден к употреблению в течение 2-3 суток.

#### **9.4.5 Приготовление 1,5% раствора калия йоднокислого мета**

1,5 г калия йоднокислого мета растворяют в 100 см<sup>3</sup> 10%-ного раствора серной кислоты. Растворение проводят при нагревании. Раствор сохраняется в течение 2-3 суток в темном месте.

#### **9.4.6 Приготовление 0,12% раствора хромотроповой кислоты**

150 мг хромотроповой кислоты растворяют в 5 см<sup>3</sup> 10%-ного раствора серной кислоты, затем приливают 125 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Раствор сохраняется в течение 2-3 суток.

#### **9.4.7 Приготовление хромовой смеси**

Хромовую смесь готовят из расчета: вода - 100 см<sup>3</sup>, K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> - 6 г, концентрированная серная кислота (пл. 1,84) - 100 см<sup>3</sup>. В фарфоровую чашку наливают воду, медленно добавляют серную кислоту, растертый в порошок двуххромовокислый калий, осторожно нагревают смесь на водяной бане до полного растворения.

### **10. ОТБОР И ХРАНЕНИЕ ПРОБ**

Отбор проб воздуха производят согласно ГОСТ 12.1.005.

Для отбора разовой пробы исследуемый воздух со скоростью 0,5 дм<sup>3</sup>/мин протягивают через поглотительный прибор «кипящего слоя», содержащий 6 см<sup>3</sup> 40%-ного

раствора серной кислоты. Для определения  $\frac{1}{2}$  величины гигиенического норматива необходимо отобрать 4 дм<sup>3</sup> воздуха.

Пробы хранятся в холодильнике в склянке с притертой пробкой в течение 1 суток.

## 11. ВЫПОЛНЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЙ

При выполнении измерений проводят следующие работы:

### 11.1. Построение градуировочного графика

Градуировочный график, выражающий зависимость оптической плотности растворов эпихлоргидрина от его содержания, строят по градуировочным растворам. Для построения градуировочного графика в ряд пробирок вносят аликвоты аттестованного раствора (таблица 3), доводят объем до 3 см<sup>3</sup> 40% -ным раствором серной кислоты. Затем добавляют по 0,2 см<sup>3</sup> 1,5% раствора калия йоднокислого, перемешивают и оставляют на 30 мин при комнатной температуре. Далее для восстановления избытка йоднокислого калия в каждую пробирку добавляют по 3-4 капли сернистокислого натрия. Во все пробирки приливают по 1,5 см<sup>3</sup> раствора хромотроповой кислоты, осторожно перемешивают и погружают на 30 мин в кипящую водяную баню. После охлаждения при комнатной температуре в каждую пробирку вносят по 2 см<sup>3</sup> воды и перемешивают. Через 5 мин содержимое пробирок фотометрируют на фотометре КФК-3М при длине волны 570 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно контрольной пробы, которую готовят аналогично пробам, как описано в табл. 3.

Таблица 3 - Алгоритм приготовления градуировочных растворов эпихлоргидрина для построения градуировочного графика

Состав градуировочных растворов	Номер градуировочного раствора						
	1	2	3	4	5	6	7
Аттестованный раствор с концентрацией эпихлоргидрина 20 мкг/см <sup>3</sup> , см <sup>3</sup>	0	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
Раствор 40%-ной серной кислоты, см <sup>3</sup>	3,0	2,95	2,9	2,8	2,7	2,6	2,5
1,5 % раствор калия йоднокислого мета, см <sup>3</sup>	по 0,2 во все пробирки						
Раствор натрия сернистокислого	по 3-4 капли во все пробирки						
Раствор хромотроповой кислоты, см <sup>3</sup>	по 1,5 во все пробирки						
Дистиллированная вода, см <sup>3</sup>	по 2,0 во все пробирки						
Содержание эпихлоргидрина в пробе, мкг	0	1	2	4	6	8	10

Каждую точку градуировочного графика находят как среднее арифметическое 10 параллельных определений. При замене реактивов и средств измерения градуировочный

график строят заново. Стабильность градуировочного графика проверяется один раз в год, не менее чем по трем гочкам.

### 11.2. Контроль стабильности градуировочного графика

Для проверки стабильности градуировочного графика берут не менее трех градуировочных растворов эпихлоргидрина и анализируют как описано в методике измерений.

Градуировочную характеристику считают стабильной при выполнении для каждого выбранного образца следующего условия:

$$X - C \leq \Delta_{гр}, \quad (2)$$

где:  $X$  - результат измерения содержания эпихлоргидрина в градуировочном растворе, мкг;

$C$  - аттестованное значение содержания эпихлоргидрина в градуировочном растворе, мкг;

$\Delta_{гр}$  - погрешность установления градуировочной характеристики при использовании методики в лаборатории, мкг.

Значения  $\Delta_{гр}$  устанавливают при построении градуировочного графика. При этом для каждого градуировочного раствора рассчитывают по соответствующим формулам:

- среднее арифметическое значение результатов измерений:

$$\overline{X}_i = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}, \text{ мкг}; \quad (3)$$

где:  $n$  - число измерений;

$X_i$  - результат измерения содержания вещества в  $i$ -ой пробе градуировочного раствора, мкг;

- среднеквадратическое отклонение результата измерения:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \overline{X}_i)^2}{n-1}}, \text{ мкг}; \quad (4)$$

- доверительный интервал:

$$\Delta \overline{X}_i = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t, \text{ мкг}, \quad (5)$$

где:  $t$  - коэффициент нормированных отклонений, определяемых по таблице Стьюдента, при доверительной вероятности 0,95;

- точность (относительная погрешность) измерений:

$$\delta_{\text{р}} = \frac{\Delta \bar{X}}{\bar{X}} \cdot 100\% \quad \Delta_{\text{гр}} = 0,018_{\text{гр}} \cdot C \quad (6)$$

### 11.3. Проведение анализа

Пробы в количестве 3 см<sup>3</sup> из поглотительного прибора вносят в колориметрические пробирки. Затем добавляют по 0,2 см<sup>3</sup> 1,5% раствора калия йоднокислого, перемешивают и оставляют на 30 мин. при комнатной температуре. Для восстановления избытка калия йоднокислого в каждую пробирку добавляют по 3-4 капли сернистоокислого натрия. Во все пробирки приливают по 1,5 см<sup>3</sup> раствора хромотроповой кислоты, осторожно перемешивают и погружают на 30 мин в кипящую водяную баню. После охлаждения в каждую пробирку вносят по 2 см<sup>3</sup> воды и перемешивают. Через 5 мин содержимое пробирок фотометрируют на фотометре КФК-3М при длине волны 570 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм относительно контрольной пробы, которую готовят аналогично пробам, как описано в табл.3.

Концентрацию энихлоргидрина находят по градуировочному графику.

## 12. ОБРАБОТКА И ОФОРМЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Массовую концентрацию энихлоргидрина в пробе рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{m \cdot V_{\text{р}}}{V_{\text{а}} \cdot V_0}, \text{ мг/м}^3, \quad (7)$$

где:  $m$  – масса энихлоргидрина, найденная по градуировочному графику в объеме раствора, взятого на анализ, мкг;

$V_{\text{р}}$  – общий объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$V_{\text{а}}$  – объем раствора, взятый на анализ, см<sup>3</sup>;

$V_0$  – объем отобранной пробы воздуха, приведенный к стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20°) дм<sup>3</sup>.

Объем отобранной пробы воздуха, приведенный к стандартным условиям, вычисляют по формуле:

$$V_0 = G \frac{P}{273 + T} u t \text{ дм}^3, \quad (8)$$

где:  $P$  – атмосферное давление при отборе проб воздуха, мм. рт. ст.;

$T$  – температура воздуха при отборе пробы (на входе в ротаметр), °C;

$u$  – расход воздуха при отборе пробы, дм<sup>3</sup>/мин;

$t$  – длительность отбора пробы, мин;

$G$  – коэффициент пересчета, равный 0,383 (для воздуха рабочей зоны).

Результат количественного анализа в документах, предусматривающих его использование, представлять в следующем виде:

результат анализа  $X \text{ мг/м}^3$ , характеристика погрешности  $\delta \%$ ,  $P = 0,95$  или

$X \pm \Delta \text{ мг/м}^3$ ,  $P = 0,95$ , где  $\Delta = \delta \cdot X / 100 \text{ мг/м}^3$ . Значения  $\delta$  приведены в таблице 1.

### 13. ОЦЕНКА ПРИЕМЛЕМОСТИ РЕЗУЛЬТАТОВ, ПОЛУЧАЕМЫХ В УСЛОВИЯХ ВОСПРОИЗВОДИМОСТИ

Расхождение между результатами измерений, полученными в двух лабораториях, не должно превышать предела воспроизводимости. При выполнении этого условия приемлемы оба результата измерений и в качестве окончательного результата может быть использовано их общее среднее значение. Значение предела воспроизводимости приведено в таблице 5.

Таблица-4 Диапазон измерений, значения показателей повторяемости и воспроизводимости

Диапазон измерений, $\text{мг/м}^3$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\delta_r, \%$	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадрати- ческое отклонение воспро- изводимости), $\delta_R, \%$
от 0,5 до 10,0 вкл	10	11

При превышении предела воспроизводимости могут быть использованы методы оценки приемлемости результатов измерений согласно раздела 5 ГОСТ Р ИСО 5725-6.

Таблица 5 - Диапазон измерений, значения предела воспроизводимости при доверительной вероятности  $P=0,95$

Диапазон измерений, $\text{мг/м}^3$	Предел воспроизводимости (относительное значение допускаемого расхождения между двумя результатами измерений, полученными в разных лабораториях), $R, \%$
от 0,5 до 10,0 вкл	31

### 14. КОНТРОЛЬ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ПРИ РЕАЛИЗАЦИИ МЕТОДИКИ В ЛАБОРАТОРИИ

Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории предусматривает:

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности



- среднеквадратического отклонения повторяемости;
- среднеквадратического отклонения внутрилабораторной прецизионности, погрешности).

**Алгоритм контроля процедуры выполнения измерений с использованием образцов  
для контроля (для аналитической стадии методики)**

Контроль исполнителем процедуры выполнения измерений проводят путем сравнения результата отдельно взятой контрольной процедуры  $K_k$  с нормативом контроля  $K$ .

Результат контрольной процедуры  $K_k$  рассчитывают по формуле:

$$K_k = X - C, \quad (9)$$

где:  $X$  – результат контрольного измерения массовой концентрации эпихлоргидрина в образце для контроля, мкг;

$C$  – аттестованное значение содержания образца для контроля, мкг.

В качестве образца для контроля используют аттестованный раствор эпихлоргидрина, известное количество которого вносят в поглотительный раствор и далее проводят через весь ход анализа.

Норматив контроля  $K$  рассчитывают по формуле:

$$K = \Delta, \quad (10)$$

$$\Delta = 0.01 * \delta_a * C$$

где: значение  $\delta_a$  приведено в таблице 1.

Качество контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$K_k \leq K \quad (11)$$

При невыполнении условия (11) эксперимент повторяют. При повторном невыполнении условия (11) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам.

Периодичность контроля исполнителем процедуры выполнения измерений, а также реализуемые процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируются в Руководстве по качеству лаборатории согласно ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025.

## БИБЛИОГРАФИЯ

- [1] Р 1.1.002-96 Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования. Руководство. Классификация нормативных и методических документов системы государственного санитарно-эпидемиологического нормирования
- [2] Р 1.1.003-96 Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования. Руководство. Общие требования к построению, изложению и оформлению нормативных и методических документов системы государственного санитарно-эпидемиологического нормирования
- [3] Вредные химические вещества в ракетно-космической отрасли. Справочник. М. Изд. Типография ФГБУ ФМБЦ им. А. И. Бурназяна., 2011
- [4] ТУ 3-32164-89 Фотометр фотоэлектрический КФК-3М
- [5] ТУ 4215-000-11696625 -95 Электрическое пробопоотборное устройство ПУ-4Э
- [6] ТУ 6-09-1426-76 Поглотительные приборы «кипящего слоя»
- [7] ТУ9452-002-22213860-00 ДЭ-40 Дистиллятор
- [8] ТУ 64-12850-80 Баня водяная с электроподогревом
- [9] ТУ 64-1707-61 Штативы для пробирок
- [10] ТУ 6-09-02-364-99 Калий йоднокислый мета,ч.д.а.
- [11] ТУ 6-09-05-1371-88 Хромотроповая кислота
- [12] РМГ 60-2003 Рекомендации по межгосударственной стандартизации ГСИ. Смеси аттестованные. Общие требования к разработке

## ПРИЛОЖЕНИЕ

### РАСЧЕТ МЕТРОЛОГИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК АТТЕСТОВАННЫХ РАСТВОРОВ ЭПИХЛОРИДРИНА

#### 1. Расчет аттестованного значения и характеристик погрешности аттестованного значения массовой концентрации эпихлоргидрина в рабочем растворе

##### 1.1 Расчет аттестованного значения

Рабочий раствор готовят, как описано в п.9.4.1

Расчет аттестованного значения массовой концентрации вещества в рабочем растворе ( $a_p$ ) производят по формуле

$$a_p = \frac{a \cdot V_1}{V_2}, \text{ мкг/см}^3.$$

где:  $a$  - аттестованное значение массовой концентрации вещества в растворе ГСО, мкг/см<sup>3</sup>;

$V_1$  - объем основного раствора, взятый для приготовления рабочего раствора, см<sup>3</sup>;

$V_2$  - объем приготовленного рабочего раствора, см<sup>3</sup>.

##### 1.2. Расчет характеристика погрешности

Расчет характеристики погрешности производится по процедуре приготовления рабочих растворов с учетом погрешности аттестованного значения концентрации эпихлоргидрина в растворе ГСО, пределов допускаемой погрешности объема пипетки и вместимости колбы.

Расчет производят по формуле:

$$\Delta a_p = a_p \sqrt{\left(\frac{\Delta a}{a}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_1}{V_1}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_2}{V_2}\right)^2}, \text{ мкг/см}^3;$$

где:  $a_p$  - аттестованное значение массовой концентрации эпихлоргидрина в рабочем растворе, мкг/см<sup>3</sup>;

$a$  - аттестованное значение массовой концентрации эпихлоргидрина в растворе ГСО, мкг/см<sup>3</sup>;

$V_1$  - объем раствора ГСО, взятый для приготовления рабочего раствора, см<sup>3</sup>;

$V_2$  - объем приготовленного рабочего раствора, см<sup>3</sup>;

$\Delta a_p$  - характеристика погрешности установления массовой концентрации эпихлоргидрина в рабочем растворе, мкг/см<sup>3</sup>;

$\Delta a$  - характеристика погрешности массовой концентрации вещества в растворе ГСО, мкг/см<sup>3</sup>;

$\Delta V_1$  - характеристика погрешности установления объема  $V_1$  (предел допускаемой погрешности объема пипетки), см<sup>3</sup>;

$\Delta V_2$  - характеристика погрешности установления объема  $V_2$  (предел допускаемой погрешности вместимости колбы), см<sup>3</sup>.

Во всех случаях аттестованные значения массовых концентраций веществ в растворах и характеристики погрешности аттестованных значений должны выражаться в одной и той же размерности и иметь одинаковое количество знаков после запятой.

Министерство здравоохранения Российской Федерации  
Федеральное медико-биологическое агентство  
**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ**  
**«ГОСУДАРСТВЕННЫЙ НАУЧНЫЙ ЦЕНТР РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ -**  
**ФЕДЕРАЛЬНЫЙ МЕДИЦИНСКИЙ БИОФИЗИЧЕСКИЙ ЦЕНТР**  
**им. А.И. БУРНАЗЯНА»**  
(ФГБУ ГНЦ ФМБЦ им. А.И. Бурназяна ФМБА России)

Метрологическая служба ФГБУ ГНЦ ФМБЦ им. А.И. Бурназяна ФМБА России

Аттестат аккредитации Ростехрегулирования  
N RA.RU.311295 выдан 22 января 2016г.

123182, Москва,  
ул. Живописная 46,  
тел. 8 (499) 190-95 -87

# СВИДЕТЕЛЬСТВО

об аттестации методики (метода) измерений

N14-6/31. RA.RU.311295 – 2015

«Методика измерений массовой концентрации эпихлоргидрина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом» разработана Федеральным государственным бюджетным учреждением «Государственный научный центр Российской Федерации - Федеральный медицинский биофизический центр им. А.И. Бурназяна» ФМБА России и регламентирована в методических указаниях по методам контроля.

Методика аттестована в соответствии с требованиями ФЗ № 102 «Об обеспечении единства измерений», Приказа Минпромторга России от 15 декабря 2015 г. № 4091, ГОСТ Р 8.563-2009 и РМГ 61-2010 по результатам метрологической экспертизы материалов по разработке методики и экспериментальных исследований.

На основании результатов метрологической аттестации установлено, что методика соответствует предъявляемым к ней метрологическим требованиям и обладает следующими основными метрологическими характеристиками, приведенными в Приложении.

Первый заместитель  
генерального директора

Главный метролог

Зав. лабораторией № 39

Дата выдачи:

25.10.2015 г.

Рекомендуемый  
срок пересмотра  
методики (метода) измерений: 25.10.2020 г.

Приложение: на 1 листе  
А.Ю. Бушманов  
Ю.С. Степанов  
Н.А. Богданенко

**Приложение**  
к Свидетельству N14-6/31. RA.RU.311295 - 2015  
**Результаты метрологической аттестации**

«Методика измерений массовой концентрации эпихлоргидрина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом». Диапазон измеряемых массовых концентраций - (0,5 – 10,0) мг/м<sup>3</sup>.

**Таблица – Значения метрологических характеристик**

Метрологические характеристики	для P=0,95, %
Показатель повторяемости (среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$	10
Показатель воспроизводимости (среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), $\sigma_R$	11
Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности), $\pm \delta_c$	12
Показатель точности (границы относительной погрешности), $\pm \delta$	25
Показатель расширенной неопределенности (границы интервала, содержащего большую часть распределения наиболее вероятных значений), $\pm U_p$	27
Предел повторяемости, $r$	28
Предел воспроизводимости, $R$	31

**2. При реализации методики в лаборатории обеспечивают:**

- контроль исполнителем процедуры выполнения измерений (на основе оценки погрешности при реализации отдельно взятой контрольной процедуры);
- контроль стабильности результатов измерений (на основе контроля стабильности среднеквадратического отклонения погрешности).

Алгоритм контроля исполнителем процедуры выполнения измерений приведен в методических указаниях по методам контроля.

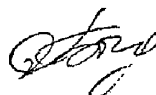
Процедуры контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируют во внутренних документах лаборатории.

Главный метролог



Ю.С. Степанов

Зав. лабораторией № 39



Н.А. Богданенко