

# ГОРЯЧАЯ ЛИНИЯ

## МИ В6.02-2020

МЕТОДИКА ИЗМЕРЕНИЙ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ВИТАМИНА  
В6 В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКИМ  
МЕТОДОМ

25.08.2020

Докладчик: Руководитель Учебного центра Ассоциации Катуркина  
Анна Александровна

# Область применения

- ▶ Метод - спектрофотометрический.
- ▶ Область применения: испытательные лаборатории (центры) в целях производственного контроля, расчета и оценки профессиональных рисков, специальной оценки условий труда, государственного контроля (надзора).
- ▶ Диапазон измерений массовой концентрации витамина В6 в воздухе рабочей зоны по методике составляет от 0,05 до 2,0 мг/м<sup>3</sup> или от 0,5 до 20 ПДК, то есть в полном объеме соответствует требованиям ФЗ «О специальной оценке условий труда»
- ▶ Длина волны - 290 нм.

## Показатели точности методики измерений массовой концентрации витамина В6 в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом

Методика измерений включает две стадии - отбор пробы ВРЗ и аналитическую стадию, и обеспечивает получение результатов измерений с приписанными показателями точности, не превышающими значений, приведенных в таблицах 1-3.

Таблица Б.1 – Показатели точности измерений стадии отбора пробы ВРЗ

Диапазон измерений массовой концентрации витамина В6 в ВРЗ, мг/м <sup>3</sup>	Показатель точности стадии отбора пробы ВРЗ (относительная расширенная неопределенность измерений (P=0,95; k=2,)), $\pm U_{от}$ , %
От 0,05 до 2,0 включ.	13

Таблица Б.2 – Показатели точности измерений аналитической стадии

Диапазон измерений массовой концентрации витамина В6 при отборе пробы ВРЗ объемом, определенным методикой, мкг/см <sup>3</sup>	Показатель повторяемости (относительная стандартная неопределенность в условиях повторяемости) $u_{га}$ , %	Показатель воспроизводимости (относительная стандартная неопределенность в условиях воспроизводимости), $u_{Ra}$ , %	Показатель правильности (относительная расширенная неопределенность значения смещения), $\pm U(\hat{\theta})_a$ , %	Показатель точности аналитической стадии (относительная расширенная неопределенность измерений (P=0,95; k=2,)), $\pm U_a$ , %
От 0,5 до 10 включ.	8	8	14	13

Таблица Б.3 – Показатели точности измерений методики

Диапазон измерений массовой концентрации витамина В6 в ВРЗ, мг/м <sup>3</sup>	Показатель точности измерений методики (относительная расширенная неопределенность измерений (P=0,95; k=2,)), $\pm U$ , %
От 0,05 до 2,0 включ.	15

# Требования к средствам измерений

- ▶ При выполнении измерений применяются следующие средства измерений утвержденного типа:
- ▶ Спектрофотометр со следующими метрологическими характеристиками: спектральный диапазон от 280 до 500 нм; диапазон измерений спектрального коэффициента направленного пропускания от 1 до 99; пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений спектрального коэффициента направленного пропускания  $\pm 1,0$  %, в комплекте с кюветами из оптического (или) кварцевого стекла длиной 10 мм.
- ▶ Примечание - Справочная информация о некоторых соответствующих требованиям спектрофотометрах утвержденного типа приведена в Приложении В настоящего документа.
- ▶ Средство измерений температуры воздуха - термометр или комплект термометров, со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений температуры воздуха от минус 30 оС до плюс 40 оС; пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений температуры  $\pm 0,5$  оС.
- ▶ Средство измерений относительной влажности воздуха, со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений относительной влажности от 10 % до 90 %; пределы допускаемой (абсолютной) погрешности измерений относительной влажности  $\pm 5$  %.
- ▶ Средство измерений атмосферного давления, со следующими метрологическими характеристиками: диапазон измерений атмосферного давления от 80 до 110 кПа, пределы допускаемой относительной погрешности измерений атмосферного давления  $\pm 0,3$  кПа.

# СПРАВОЧНО

Регистрационный номер по [11]	Наименование СИ	Обозначение типа СИ
70026-17	Спектрофотометры	Cary 60 UV-Vis
67389-17	Спектрофотометры	V-730, V-750, V-760, V-770, V-780
66487-17	Спектрофотометры	PhotoLab 7600 UV-VIS
64436-16	Спектрофотометры	UV/VIS Excellence
64288-16	Спектрофотометры	Genesys 10S Bio, 10S UV Vis
61373-15	Спектрофотометры	UV-1280, UV-3600 Plus
60305-15	Спектрофотометры	SPECORD 50 PLUS
60024-15	Спектрофотометры	Cary 8454 UV-Vis
57840-14	Спектрофотометры	Evolution 60S
57147-14	Спектрофотометры	Cary 100, Cary 300, Cary 4000, Cary 5000, Cary 6000i, Cary 7000
54737-13	Спектрофотометры	UNICO мод. 2100 UV
53494-13	Спектрофотометры	СФ-102 и СФ-104
45156-10	Спектрофотометры	Specord 200 Plus, Specord 210 Plus, Specord 250 Plus
44866-10	Спектрофотометры	ПЭ-5300УФ, ПЭ-5400УФ
44864-10	Спектрофотометры прецизионные	Lambda 750, Lambda 950, Lambda 1050
19387-08	Спектрофотометры	UV
18212-11	Спектрофотометры	СФ-2000, СФ-2000-02
12862-91	Спектрофотометры	СФ-56

# Требования к средствам измерений

- ▶ Средство измерений массы - весы лабораторные со следующими метрологическими характеристиками: класс точности «высокий» или «специальный», действительная цена деления (цена деления) не более 1 мг максимальная нагрузка (наибольший предел взвешивания) не более 300 г.
- ▶ Средство измерений объемного расхода воздуха или объема отобранного воздуха - аспиратор по ГОСТ Р 51945, обеспечивающий при заданном значении объемного расхода воздуха (пункт 11.2.4 настоящего документа) характеристику относительной погрешности объемного расхода воздуха (объема отобранного воздуха)  $\pm 5\%$ .
- ▶ Примечание - Пределы приведенной погрешности аспираторов  $\pm 5\%$ , широко встречающихся в испытательных лабораториях (испытательных лабораторных центрах), обычно приведены к нормирующему значению - верхнему пределу измерений расхода, подробнее пункт 5.2.7.4.2 и пункт 8.6.3.5.1 ГОСТ Р 51945.
- ▶ Для контроля длительности установленных временных интервалов используют часы (часы с таймером) по ГОСТ 23350 или секундомер утвержденного типа [11].
- ▶ Примечание - Данное СИ не требуется иметь в наличии отдельно, если измерение времени предусмотрено конструкцией аспиратора по пункту 5.1.6. настоящего документа.
- ▶ Для контроля линейных размеров используют рулетки утвержденного типа с классом точности по ГОСТ 7502 не ниже 3 или лазерный измеритель расстояния с точностью  $\pm 5$  мм в диапазоне измерений от 0,05 до 5 м включительно.
- ▶ Колбы 2-100-2, 2-1000-2 ГОСТ 1770 (приготовление 0,01 н раствора соляной кислоты).

# Требования к средствам измерений

- ▶ Цилиндры 1-100-2, 1-250-2 ГОСТ 1770 (приготовление 0,01 н раствора соляной кислоты).
- ▶ Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-10 (способ № 1 приготовления 0,01 н раствора соляной кислоты) ГОСТ 29227 или микродозатор или несколько микродозаторов механических переменного (постоянного) объема, позволяющие дозировать жидкости согласно требованиям настоящего документа с допускаемым относительным отклонением среднего объема дозы от номинального  $\pm 2\%$ .
- ▶ Примечание - Значения дозируемого объема по настоящему документу находятся в диапазоне от 500 до 10000 мм<sup>3</sup> (мкл), однако большие значения объема также могут быть дозированы с помощью пипеток по пункту 5.1.11 настоящего документа.
- ▶ Пробирка мерная П-2-10-14/23 ХС ГОСТ 1770.
- ▶ Примечания
- ▶ 1 Средства измерений по пунктам 5.1.2-5.1.4 настоящего документа применяются для цели проведения измерений, а также контроля условий измерений совместно с СИ по пункту 5.1.8 настоящего документа. Средства измерений по пунктам 5.1.2-5.1.4 настоящего документа могут быть конструктивно объединены в одно средство измерений, например: термогигрометр, термогигрометр с каналом измерения атмосферного давления, прибор контроля параметров воздушной среды.
- ▶ 2 Все средства измерения должны быть поверены в установленном порядке [6].
- ▶ 3 Эксплуатация и хранение средств измерения должны осуществляться в соответствии с эксплуатационной документацией из комплекта поставки.

# При выполнении измерений применяются следующие вспомогательные устройства, материалы и реактивы

- ▶ Стаканчик СВ-14/8 ГОСТ 25336.
- ▶ Стакан Н-1-50 ХС (ТХС) и (или) Н-1-150 ХС (ТХС) ГОСТ 25336.
- ▶ Трубки силиконовые по ТУ 9398-003-001521106.
- ▶ Мешалки (палочки стеклянные) по ТУ 92-891.004.
- ▶ Фильтры аэрозольные АФА-ВП-10 по ТУ 95-1892.
- ▶ Фильтродержатель по ТУ 95-1021.
- ▶ Пинцет медицинский по ГОСТ 21241.
- ▶ Пакеты из полимерных пленок по ГОСТ 12302.
- ▶ Пиридоксина гидрохлорид (Pyridoxine hydrochloride), содержание основного вещества не менее 98 %.
- ▶ Соляная кислота по ГОСТ 3118, ч.д.а.
- ▶ Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.
- ▶ Примечания
- ▶ 1 Допускается использование других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов с аналогичными или лучшими метрологическими и техническими характеристиками.
- ▶ 2 Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативной документации, в том числе импортных.



# Требования к ВЛК

- ▶ Контроль точности результатов измерений при реализации настоящей методики в испытательной лаборатории (испытательном лабораторном центре) предусматривает:
- ▶ оперативный контроль процедуры измерений по аналитической стадии методики;
- ▶ контроль стабильности результатов измерений по аналитической стадии методики (при количестве анализируемых рабочих проб более 10 в месяц, более низкое количество рабочих проб, при которых реализуется контроль стабильности результатов измерений по аналитической стадии методики может быть предусмотрен внутренними документами испытательной лаборатории (испытательного лабораторного центра));
- ▶ контроль качества выполнения стадии отбора пробы ВРЗ.

## Оперативный контроль процедуры измерений по аналитической стадии методики на основе контроля точности результатов измерений аналитической стадии методики:

- ▶ В качестве образцов для контроля (ОК) используют фильтры АФА-ВП-20, с нанесенными на них навесками смеси, содержащими пиридоксина гидрохлорид (пункт 5.5.9 настоящего документа) с известной массовой концентрацией. При этом заданная массовая концентрация витамина В6 на фильтре должна находиться в диапазоне измерений аналитической стадии методики.
- ▶ Оперативный контроль осуществляют с использованием образцов для контроля (ОК), приготовленных по пункту 15.2.1 настоящего документа.
- ▶ Расхождение между результатом контрольного измерения массовой концентрации витамина В6 в ОК и заданным значением массовой концентрации витамина В6 в ОК не должно превышать норматив контроля

$$|X_a - X_{ок}| \leq K \quad (14)$$

- ▶ где  $X_a$  - результат контрольного измерения массовой концентрации витамина В6 в ОК, мкг/см<sup>3</sup>;
- ▶  $X_{ок}$  - заданное по процедуре приготовления значение массовой концентрации витамина В6 в ОК, мкг/см<sup>3</sup>;
- ▶  $K$  - норматив контроля, мкг/см<sup>3</sup>.

▶ Норматив контроля вычисляют по формуле

$$K = 0,01 \cdot U_{ал} \cdot X_{ок} \quad (15)$$

- ▶ где  $U_{ал}$  - относительное значение показателя точности аналитической стадии методики, установленное при реализации методики в конкретной испытательной лаборатории (испытательном лабораторном центре), %.
- ▶ Значение  $U_{ал}$  может быть приведено в «Протоколе установленных показателей качества результатов анализа при реализации методики измерений в лаборатории» (например, см. форму А.5 РМГ 76).
- ▶ Если условие (14) выполняется, то процедура измерений аналитической стадии считается удовлетворительной. При превышении норматива контроля, оперативный контроль повторяют. При повторном превышении указанного норматива контроля, процесс измерений по методике останавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

# Качество выполнения стадии отбора пробы ВРЗ

- ▶ Качество выполнения стадии отбора пробы ВРЗ обеспечивают путем поверки всех используемых на этой стадии СИ, проведения дополнительных проверок, предусмотренных эксплуатационной документацией на СИ, и периодического контроля за правильностью проведения отбора пробы ВРЗ.