Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерения концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний МУК 4.1.3421—4.1.3432—17

Выпуск 59

Издание официальное

Москва • 2017

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерения концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.3421—4.1.3432—17

Выпуск 59

ББК 51.24
И37

И37 **Измерения** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний. Вып. 59.—М.: Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 2017.—144 с.

ISBN 978—5—7508—1567—8

1. Подготовлены коллективом авторов ФГБНУ «Научно-исследовательского института медицины труда» (Л. Г. Макеева – руководитель, Н. С. Горячев, Е. Н. Грицун, Н. Л. Полуэктова), ФБУЗ «Федеральный центр гигиены и эпидемиологии» Роспотребнадзора (В. Г. Сенникова, В. Н. Малхожева, Л. С. Осипова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 22 декабря 2016 г. № 2).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 21 февраля 2017 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.24

Ответственный за выпуск Н. В. Карташёва

Редактор Л. С. Кучурова
Компьютерная верстка Е. В. Ломановой

Подписано в печать 18.09.17

Формат 60x84/16 Печ. л. 9,0

Тираж 125 экз. Заказ 64

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделением издательского обеспечения отдела научно-методического обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а

Реализация печатных изданий, тел./факс: 8 (495) 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2017

Содержание

Введение 5

Измерение массовой концентрации транс-4-(аминометил)циклогексанкарбоновой кислоты (транексамовая кислота) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.3421—17 6

Измерение массовой концентрации (R*,R*)-(±)-N-[2-гидрокси-5-[1-гидрокси-2-[[2-(4-метоксифенил)-1-метилэтил]амино]этил]фенил]формамида фумарата (2 : 1) дигидрата (формотерола фумарат дигидрат) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3422—17 16

Измерение массовой концентрации 2-гидроксипропан-1,2,3-трикарбоната тринатрия дигидрата (натрий лимоннокислый трехзамещенный дигидрат, тринатрия цитрат дигидрат) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.3423—17 28

Измерение массовой концентрации 6-[O-(1,1-диметилэтил)-D-серин]-9-(N-этил-L-пролинамид)-10-деглицинамид рилизинг-фактор лютеинизирующего гормона (свиного) ацетата (бусерелина ацетат) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3424—17 38

Измерение массовой концентрации 2-[2-(4-дибензо[b,f][1,4]тиазепин-11-ил-1-пиперазинил)этокси]этанола фумарата (2 : 1) (кветиапина фумарат) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.3425—17 50

Измерение массовой концентрации (1S,2S,3R,5S)-3-[7-{[(1R,2S)-2-(3,4-дифторфенил) циклопропил]амино}-5-(пропилтио)-3H-1,2,3-триазоло[4,5-d]пиримидин-3-ил]-5-(2-гидроксиэтокси) циклопетан-1,2-диола (тикагрелор) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3426—17 60

Измерение массовой концентрации комплексного соединения инозина с солью моно[4-(ацетиламино)бензоата] с 1-(диметиламино)-2-пропанолом (1 : 3) (инозин пранобекс) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.3427—17 72

Измерение массовой концентрации натрия додецилсульфата (натрий лаурилсульфат) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.3428—17 82

Измерение массовой концентрации 5-метокси-2-[(S)-[(4-метокси-3,5-диметил-2-пиридинил)метил]сульфинил]-1H-бензимидазола магния тригидрата (соль) (эзомепразол магния тригидрат) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.3429—17 94

Измерение массовой концентрации (±)-1-[4-(2-метоксиэтил)фенокси]-3-[(1-метилэтил) амино]-2-пропанола тартрата (2 : 1) (метопролола тартрат) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3430—17 107

Измерение массовой концентрации α,α,α',α'-тетраметил-5-(1Н-1,2,4-триазол-1-илметил)-1,3-бензолдиацетонитрила (анастрозол) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3431—17 119

Измерение массовой концентрации (±)-2-этокси-1-[[2'-(1Н-тетразол-5-ил)[1,1'-бифенил]-4-ил]метил]-1Н-бензимидазол-7-карбоновой кислоты 1-[[(циклогексилокси) карбонил]окси]этилового эфира (кандесартана цилексетил, кандесартан) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3432—17 130

Приложение 1. Приведение объема воздуха к стандартным условиям 142

Приложение 2. Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям 143

Приложение 3. Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ 144

Введение

Сборник методических указаний «Измерения концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 59) разработан с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочным безопасным уровням воздействия (ОБУВ) и является обязательным при осуществлении санитарного контроля.

Включенные в данный сборник методические указания по контролю вредных веществ в воздухе рабочей зоны разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.016—79 «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ» с изм. 1, ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» с изм. 1, ГОСТ Р 8.563—09 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений», ГОСТ Р ИСО 5725—02 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Методики выполнены с использованием современных методов исследования, метрологически аттестованы и дают возможность контролировать концентрации химических веществ на уровне и ниже их ПДК и ОБУВ в воздухе рабочей зоны, установленных в ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и ГН 2.2.5.2308—07 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и дополнениях к ним.

Методические указания по измерению массовых концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для лабораторий центров гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 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.

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
А. Ю. Попова
21 февраля 2017 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовой концентрации натрия додецилсульфата (натрий лаурилсульфат) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии

Методические указания МУК 4.1.3428—17

Свидетельство о государственной метрологической аттестации № 01.00225/205-12-16.

1. Назначение и область применения

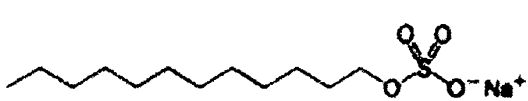
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода спектрофотометрии для измерений массовой концентрации натрия лаурилсульфата в воздухе рабочей зоны в диапазоне массовых концентраций 0,1—0,7 мг/м^3.

Методические указания носят рекомендательный характер.

2. Характеристика вещества

2.1. Физико-химические свойства

Натрий лаурилсульфат



$C_{12}H_{25}O_4SNa$
Молекулярная масса: 288,4.
Регистрационный номер CAS: 151-21-3.

Натрий лаурилсульфат – белый или светло-желтого цвета кристаллический порошок, практически без запаха, температура плавления 205,5 °С, температура разложения 216 °С, легко растворим в воде, спирте этиловом, практически нерастворим в других органических растворителях.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.2. Токсикологическая характеристика

Натрия лаурилсульфат или Е-487 относится к поверхностно-активным веществам (ПАВ), применяется в качестве пенообразователя, эмульгатора, солюбилизатора. Натрия лаурилсульфат оказывает выраженное раздражающее действие на кожу, слизистые оболочки глаз, верхних дыхательных путей и легких, обладает сенсибилизирующим и кожно-резорбтивным действием, кумулирует в организме при повторном введении в желудок.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) натрия лаурилсульфата в воздухе рабочей зоны 0,2 мг/м^3.

3. Погрешность измерений

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой при выполнении измерений массовой концентрации натрия лаурилсульфата метрологические характеристики не превышают значений, представленных в табл. 1 (при доверительной вероятности $P = 0,95$).

Таблица 1

Метрологические характеристики

Диапазон измерений массовой концентрации натрия лаурилсульфата, мг/м^3	Показатель точности (границы относительной погрешности), ±δ, % при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, %, $P = 0,95$, $n = 2$	Критическая разность для результатов анализа, полученных в двух лабораториях, $CD_{0,95}$, % ($n_1 = n_2 = 2$)
От 0,10 до 0,50 вкл.	20	3	5	8	13
Св. 0,50 до 0,70 вкл.	15	1,5	3	4	8

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации натрия лаурилсульфата выполняют методом спектрофотометрии.

Метод определения основан на спектрофотометрическом определении окрашенных комплексов, образующихся при взаимодействии натрия лаурилсульфата с метиленовым синим с последующей экстракцией окрашенных растворов хлороформом.

Измерение проводят при длине волны (650 ± 5) нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на аналитические аэрозольные фильтры.

Минимально определяемое количество натрия лаурилсульфата в анализируемом объеме раствора пробы – 1,5 мкг.

Нижний предел измерений массовой концентрации натрия лаурилсульфата в воздухе 0,1 мг/м^3 (при отборе 30,0 дм^3 воздуха).

Измерению не мешает присутствие вспомогательных веществ, входящих в состав лекарственных форм препаратов: лактозы моногидрата, целлюлозы микрокристаллической, гипромеллозы, повидона, магния стеарата.

5. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

5.1. Средства измерений

Спектрофотометр. Диапазон измерений (54 000—11 000) см$^{-1}$, воспроизводимость волновых чисел ± 1,5 %	
Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 200 г, предел допустимой погрешности взвешивания ± 0,2 мг	ГОСТ OIML R 76-1—11
Аспирационное устройство двухканальное с диапазоном расхода 0,5—5,0 дм^3/мин и пределом допустимой погрешности ± 5 %	ТУ 4215-000-11696625—03
Колбы мерные, 2-50-2, 2-100-2, 2-200-2	ГОСТ 1770—74
Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10	ГОСТ 29227—91
Пробирки мерные с пришлифованными пробками, П-2-10-14/23 ХС	ГОСТ 1770—74
Цилиндры мерные, 1-100, 1-250	ГОСТ 1770—74
Делительные воронки, вместимостью 100 см^3	ГОСТ 1770—74
Иономер лабораторный с пределом pH от –1 до +19 ед.	ГОСТ 22261—76

Секундомер	ГОСТ 8.423—81

Примечание. Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими характеристиками.

5.2. Реактивы

Натрия лаурилсульфат с содержанием основного вещества не менее 97 % в пересчете на сухое вещество, сертификат анализа 07.07.2015	
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Спирт этиловый 96%-й ректификованный	ГОСТ Р 51723—01
Хлороформ, хч	ТУ 6-09-4263—76
Натрия гидроокись, хч	ГОСТ 4328—77
Метиленовый синий, чда	ТУ 6-09-1671—77
Калий фосфорнокислый однозамещенный, (KH_2PO_4), хч	ГОСТ 4198—75

Примечание. Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией.

5.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитические аэрозольные фильтры гидрофильные на основе ацетилцеллюлозы с площадью рабочей поверхности 10 $см^2$ (фильтры)	ТУ 95-1892—89
Фильтродержатели	ТУ 95.72.05—77
Фильтры бумажные обеззоленные средней плотности (фильтры бумажные)	ТУ 6-09-1678—77
Бюксы стеклянные, СВ 24/10	ГОСТ 25336—82
Колбы конические, вместимостью 500 $см^3$	ГОСТ 10394—72
Палочки стеклянные	ГОСТ 25336—82
Воронки химические	ГОСТ 25336—82
Кюветы кварцевые с толщиной оптического слоя 10 мм	
Дистиллятор	ГОСТ Р 50444—92
Шкаф сушильный	ТУ 61-1-721—79

Примечание. Допускается применение оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

6. Требования безопасности

6.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняю-

щимися веществами по ГОСТу 12.1.007—76, ГОСТу 12.1.005—88 с изменением № 1.

6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ должны соблюдаться требования противопожарной безопасности по ГОСТу 12.1.004—91. Должны быть в наличии средства пожаротушения по ГОСТу 12.4.009—83. Необходимо провести обучение работающих правилам безопасности труда согласно ГОСТу 12.0.004—90.

6.3. При выполнении измерений с использованием спектрофотометра соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019—09 и инструкцией по эксплуатации прибора.

6.4. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и ГН 2.2.5.2308—07.

7. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускается специалист, имеющий высшее образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедший обучение и владеющий техникой спектрофотометрического анализа, освоивший метод анализа и уложившийся в нормативы оперативного контроля при проведении процедур контроля погрешности анализа.

8. Требования к условиям измерений

8.1. Условия приготовления растворов и подготовки проб к анализу:

– температура воздуха (20 ± 5) °С;

– атмосферное давление (84—106) кПа;

– относительная влажность воздуха, не более 80 %.

8.2. Выполнение измерений на спектрофотометре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовка спектрофотометра, установление градуировочной характеристики, контроль стабильности градуировочной характеристики, отбор проб воздуха.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Основной раствор натрия лаурилсульфата. Основной раствор натрия лаурилсульфата с массовой концентрацией 1 000 мкг/см^3 готовят растворением (0,1000 ± 0,0002) г натрия лаурилсульфата в смеси

этиловый спирт 96%-й: дистиллированная вода в соотношении 1 : 6 (по объему) в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$.

Раствор устойчив в течение двух недель при хранении в холодильнике.

9.1.2. Рабочий раствор натрия лаурилсульфата. Рабочий раствор натрия лаурилсульфата с массовой концентрацией 30 мкг/$см^3$ готовят разбавлением 1,5 $см^3$ основного раствора натрия лаурилсульфата смесью этиловый спирт 96%-й : дистиллированная вода в соотношении 1 : 6 (по объему) в мерной колбе, вместимостью 50 $см^3$.

Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.1.3. Смесь: этиловый спирт 96%-й : дистиллированная вода в соотношении 1 : 6 (по объему). В коническую колбу вместимостью 500 $см^3$ наливают 50 $см^3$ этилового спирта 96%-го и 300 $см^3$ дистиллированной воды и перемешивают.

Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.1.4. Метиленовый синий, 0,03%-й водный раствор. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят (0,0300 ± 0,0001) г метиленового синего, доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают.

Раствор устойчив в течение месяца при хранении в холодильнике.

9.1.5. Натрия гидроокись, 1 н водный раствор. В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 4,0 г натрия гидроокиси, растворяют в дистиллированной воде и доводят водой дистиллированной до метки.

Раствор устойчив в течение двух недель.

9.1.6. Щелочной фосфатный буферный раствор с pH = 10. В мерной колбе вместимостью 200 $см^3$ растворяют (2,7218 ± 0,0001) г калия фосфорнокислого однозамещенного в дистиллированной воде и доводят объем до метки дистиллированной водой. Устанавливают pH полученного раствора равным 10 ± 0,2 путем прибавления 1 н водного раствора натрия гидроокиси с потенциометрическим контролем.

9.2. Подготовка спектрофотометра

Подготовку спектрофотометра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности раствора от массы натрия лаурилсульфата, устанавливают по шести сериям измерений по шести концентрациям вещества в каждой серии согласно табл. 2.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении натрия лаурилсульфата

Номер градуировочного раствора	Объем рабочего раствора натрия лаурилсульфата с массовой концентрацией 30 мкг/см^3, см^3	Содержание натрия лаурилсульфата на фильтре, мкг	Массовая концентрация градуировочного раствора натрия лаурилсульфата, мкг/см^3	Содержание натрия лаурилсульфата в анализируемом объеме градуировочного раствора, мкг
1	0,0	0,00	0,0	0,0
2	0,1	3,0	0,5	1,5
3	0,2	6,0	1,0	3,0
4	0,3	9,0	1,5	4,5
5	0,5	15,0	2,5	7,5
6	0,6	18,0	3,0	9,0
7	0,7	21,0	3,5	10,5

Градуировочные растворы устойчивы в течение 3 часов.

На фильтры, помещенные в бюксы, пипеткой вместимостью 1 см^3 наносят рабочий раствор натрия лаурилсульфата с массовой концентрацией 30 мкг/см^3 в соответствии с табл. 2. Фильтры подсушивают при комнатной температуре и с помощью пипетки вместимостью 5 см^3 приливают по 3 см^3 смеси этиловый спирт 96%-й : дистиллированная вода в соотношении 1 : 6 (по объему) и оставляют на 15 минут, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтры тщательно отжимают, растворы сливают в пробирки мерные вместимостью 10 см^3. Фильтры повторно обрабатывают 3 см^3 смеси этиловый спирт 96%-й : дистиллированная вода в соотношении 1 : 6 (по объему) и оставляют на 15 минут, периодически помешивая стеклянной палочкой, затем фильтры тщательно отжимают и удаляют. Растворы объединяют в мерных пробирках вместимостью 10 см^3 и доводят объем до 6 см^3 смесью этиловый спирт 96%-й : дистиллированная вода в соотношении 1 : 6 (по объему). Аналогично обрабатывается чистый фильтр.

Затем, используя пипетку вместимостью 5 см^3, отбирают по 3,0 см^3 каждого градуировочного раствора, помещают в делительные воронки вместимостью 100 см^3, пипеткой вместимостью 2 см^3 добавляют по 2,0 см^3 щелочного фосфатного буферного раствора с pH = 10, встряхивают, пипеткой вместимостью 1,0 см^3 добавляют по 1,0 см^3 раствора метиленового синего 0,03%-го водного раствора, взбалтывают и, ис-

пользуя пипетку вместимостью 25 см^3, добавляют по 11 см^3 хлороформа. Смесь встряхивают в течение 1 минуты. После расслоения слоев окрашенный слой хлороформа сливают в кювету с толщиной поглощающего слоя 10 мм и измеряют оптическую плотность полученных растворов при длине волны (650 ± 5) нм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (табл. 2, раствор № 1). Градуировочные растворы устойчивы в течение часа.

Строят градуировочную характеристику: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс – соответствующие им содержания натрия лаурилсульфата в мкг.

9.4. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже 1 раза в квартал, а также при смене реактивов и изменении условий анализа (после ремонта и поверки прибора). Один раз в год градуировочную характеристику устанавливают заново.

Для контроля стабильности готовят три градуировочных раствора по п. 9.3 (в начале, середине и конце диапазона измерений) и анализируют в точном соответствии с методикой.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для каждого контрольного образца выполняется условие:

$$\frac{\left|D_{изм} - D_{гр}\right|}{D_{гр}} \cdot 100 \leq K_{гр}, \text{ где} \qquad (1)$$

$D_{изм}$, $D_{гр}$ – значение оптической плотности образца натрия лаурилсульфата для контроля, измеренное и найденное по градуировочной характеристике;

$K_{гр}$ – норматив контроля, $K_{гр} = 0{,}5 \cdot \delta$, где

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

Если условие стабильности не выполняется только для одного образца, то выполняют повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую ошибку.

Если градуировочная характеристика не стабильна, выясняют причины нестабильности и повторяют контроль стабильности с использованием других образцов для установления градуировочной характеристики, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики ее устанавливают заново.

9.5. Отбор проб воздуха

Отбор проб воздуха проводят в соответствии с ГОСТом 12.1.005—88 с изменением № 1 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и Р 2.2.2006—05 (прилож. 9) «Общие методические требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны», раздел 2 «Контроль соответствия максимальным ПДК».

Одновременно отбирают две параллельные пробы.

Воздух с объемным расходом 5 дм^3/мин аспирируют через фильтр, помещенный в фильтродержатель, снабженный металлической сеткой. Для определения массовой концентрации натрия лаурилсульфата на уровне 0,1 мг/м^3 (½ ОБУВ) необходимо отобрать не менее 30 дм^3 воздуха в течение 6 мин.

Отобранные пробы могут храниться в бюксах в течение трех дней.

10. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой переносят в бюкс, с помощью пипетки вместимостью 5 см^3 приливают 3 см^3 смеси этиловый спирт 96%-й : дистиллированная вода в соотношении 1 : 6 (по объему) и оставляют на 15 минут, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр тщательно отжимают, раствор сливают в другой бюкс. Фильтр повторно обрабатывают 3 см^3 смеси этиловый спирт 96 %-й : дистиллированная вода в соотношении 1 : 6 (по объему), оставляют на 15 минут, периодически помешивая стеклянной палочкой, затем фильтр тщательно отжимают и удаляют. Оба раствора последовательно фильтруют на химической воронке через фильтр бумажный в мерную пробирку с пришлифованной пробкой вместимостью 10 см^3. Объем раствора доводят до 6 см^3 смесью этиловый спирт 96%-й : дистиллированная вода в соотношении 1 : 6 (по объему) и далее анализ проводят аналогично градуировочным растворам.

Оптическую плотность полученного анализируемого объема раствора пробы измеряют в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны (650 ± 5) нм по отношению к раствору сравнения, используя чистый фильтр.

Количественное определение содержания натрия лаурилсульфата в анализируемом объеме раствора пробы проводят по предварительно построенной градуировочной характеристике.

Примечание. Фильтрование растворов проб проводится для удаления нерастворимых в смеси этиловый спирт 96%-й : дистиллированная вода в соотношении 1 : 6 (по объему) веществ, входящих в состав препаративных форм, содержащих натрия лаурилсульфата в качестве вспомогательного вещества.

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию натрия лаурилсульфата в воздухе рабочей зоны C, мг/м^3, вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot B}{б \cdot V_{20}}, \text{ где} \qquad (2)$$

a – содержание натрия лаурилсульфата в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

$в$ – общий объем раствора пробы, см^3;

$б$ – анализируемый объем раствора пробы, см^3;

V_{20} – объем воздуха, отобранный для анализа (дм^3) и приведенный к стандартным условиям (прилож. 1).

За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$\frac{2 \cdot |C_1 - C_2|}{C_1 + C_2} \cdot 100 \leq r, \text{ где} \qquad (3)$$

C_1, C_2 – результаты параллельных определений массовой концентрации натрия лаурилсульфата в воздухе рабочей зоны, мг/м^3;

r – значение предела повторяемости, % (табл. 1).

Если условие (3) не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями методики измерений.

12. Оформление результатов измерений

Результат количественного химического анализа представляют в виде:

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

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

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

Если полученный результат анализа ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «*массовая концентрация натрия лаурилсульфата менее 0,1 мг/м^3 (более 0,7 мг/м^3)*».

13. Контроль результатов измерений

13.1. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличительных испытаниях (при проведении аккредитации лабораторий и инспекционного контроля).

Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует пробы, оставленные на хранение.

Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле:

$$\frac{2 \cdot \left| C_{cp1} - C_{cp2} \right|}{C_{cp1} + C_{cp2}} \cdot 100 \leq \mathrm{CD}_{0,95}, \text{ где} \qquad (4)$$

C_{cp1}, C_{cp2} – средние значения массовой концентрации натрия лаурилсульфата, полученные в первой и второй лабораториях, мг/м^3;

$CD_{0,95}$ – значение критической разности, % (табл. 1).

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднеарифметическое значение. Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—02 (п. 5.3.3).

При разногласиях руководствуются ГОСТ Р ИСО 5725-6—02 (п. 5.3.4).

13.2. 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—02, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости по п. 6.2.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6—02 и показателя правильности по п. 6.2.4 ГОСТ Р ИСО 5725-6—02.

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.

Разработаны сотрудниками ООО «Алгама» (Сергеюк Н. П.), АО «ВНЦ БАВ» (Голубева М. И., Крымова Л. И.).

Приложение 1

Приведение объема воздуха к стандартным условиям

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

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

V_t – объем воздуха, отобранный для анализа, дм^3;
P – барометрическое давление, кПа (101,33 кПа = 760 мм рт. ст.);
t – температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (прилож. 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

	Давление Р, кПа/мм рт. ст.									
t°C	97,33/ 730	97,86/ 734	98,4/ 738	98,93/ 742	99,46/ 746	100/ 750	100,53/ 754	101,06/ 758	101,33/ 760	101,86/ 764
–30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
–26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
–22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
–18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551
–14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
–10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0986	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
–6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
–2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+ 2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+ 6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	0,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9432	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 3

Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ

1. Анастрозол	119
2. Бусерелина ацетат	38
3. Ионозин пранобекс	72
4. Кандесартан	130
5. Кандесартана цилексетил	130
6. Кветиапина фумарат	50
7. Метопролола тартрат	107
8. Натрий лаурилсульфат	82
9. Натрий лимоннокислый трехзамещенный дигидрат	28
10. Тикагрелор	60
11. Транексамовая кислота	6
12. Тринатрия цитрат дигидрат	28
13. Формотерола фумарат дигидрат	16
14. Эзомепразол магния тригидрат	94

gost.e-ecolog.ru