Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний МУК 4.1.3312—4.1.3321—15

Выпуск 57

Издание официальное

Москва • 2016

gost.e-ecolog.ru

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.3312—4.1.3321—15

Выпуск 57

ББК 51.24
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний. Вып. 57.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2016.—116 с.

ISBN 978—5—7508—1515—9

1. Подготовлены коллективом авторов ФГБНУ «Научно-исследовательский институт медицины труда» (Л. Г. Макеева – руководитель, Н. С. Горячев, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Н. Л. Полуэктова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.

3. Утверждены руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А. Ю. Поповой 24 декабря 2015 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.24

Ответственный за выпуск Н. В. Митрохина

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

Подписано в печать 26.12.16

Формат 60x84/16 Печ. л. 7,25

Тираж 125 экз. Заказ 98

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, 2016
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2016

Содержание

Введение 4
Методика измерений массовой концентрации 3-бензоил-альфа-метилбензолуксусной кислоты (КЕТОПРОФЕН) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.3312—15 5
Методика измерений массовой концентрации 4-гидрокси-3-[1,2,3,4-тетрагидро-3-[4-(4-трифторметилбензоилокси)фенил]-1-нафтилкумарина, смесь (1R, 3R)- и (1R, 3S)-изомеров (ФЛОКУМАФЕН) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.3313—15 ... 15
Методика измерений массовой концентрации 40-О-(2-гидроксиэтил)-рапамицина (ЭВЕРОЛИМУС) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3314—15 26
Методика измерений массовой концентрации 7-[[6-О-(6-дезокси-α-L-маннопиранозил)-β-D-глюко-пиранозил]окси]-5-гидрокси-2-(3-гидрокси-4-метоксифенил)-4Н-1-бензопиран-4-она (диосмин), 7-[[6-О-(6-дезокси-α-L-маннопиранозил)-β-D-глюко-пиранозил]окси]-5-гидрокси-2,3-дигидро-2-(3-гидрокси-4-метоксифенил)-4Н-1-бензопиран-4-она (гесперидин) (ДЕТРАЛЕКС, очищенная микронизированная флавоноидная фракция, состоящая из диосмина (90 %) и флавоноидов в пересчете на гесперидин (10 %) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.3315—15 39
Методика измерений массовой концентрации 3-{3-[{[(7S)-3,4-диметоксибицикло[4.2.0]окта-1,3,5-триен-7-ил]метил}(метил)амино]пропил}-7,8-диметокси-1,3,4,5-тетрагидро-2Н-3-бензазепин-2-она гидрохлорида (ИВАБРАДИНА ГИДРОХЛОРИД, КОРАКСАН) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.3316—15 50
Методика измерений массовой концентрации [(1R)-3-метил-1-[[(2S)-1-оксо-3-фенил-2-[(пиразинилкарбонил)амино]пропил]амино] бутил]бороновой кислоты (БОРТЕЗОМИБ) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3317—15 60
Методика измерений массовой концентрации 4-[(4-Метил-1-пиперазинил) метил]-N-[4-метил-3-[[4-(3-пиридинил)-2-пиримидинил]амино]фенил] бензамида монометилсульфонат (ИМАТИНИБА МЕЗИЛАТ) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3318—15 71
Методика измерений массовой концентрации 6-О-метилэритромицина (КЛАРИТРОМИЦИН) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.3319—15 83
Методика измерений массовой концентрации N-(1-оксопентил)-N-[[2'-(1Н-тетразол-5-ил)[1,1'-бифенил]-4-ил]метил]-L-валина (ВАЛСАРТАН) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.3320—15 93
Методика измерений массовой концентрации (±)-4'-циано-α,α,α-трифтор-3-[(4-фторфенил)сульфонил]-2-гидрокси-2-метил-м-пропионотолуидида (БИКАЛУТАМИД) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.3321—15 103
Приложение 1. Приведение объема воздуха к стандартным условиям 114
Приложение 2. Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям 115
Приложение 3. Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ 116

Введение

Сборник методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 57) 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 гигиенических нормативах 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
24 декабря 2015 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика измерений массовой концентрации 3-{3-[{[(7S)-3,4-диметоксибицикло[4.2.0]окта-1,3,5-триен-7-ил]метил}(метил)амино]пропил}-7,8-диметокси-1,3,4,5-тетрагидро-2Н-3-бензазепин-2-она гидрохлорида (ИВАБРАДИНА ГИДРОХЛОРИД, КОРАКСАН) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии

Методические указания
МУК 4.1.3316—15

Свидетельство о государственной метрологической аттестации № 01.00225/205-31-14.

1. Назначение и область применения

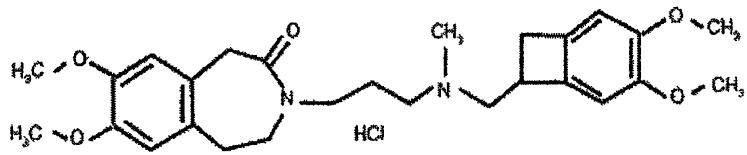
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода спектрофотометрии для измерений массовой концентрации ивабрадина гидрохлорида в воздухе рабочей зоны в диапазоне массовых концентраций 0,005—0,05 мг/м^3.

Методические указания носят рекомендательный характер.

2. Характеристика вещества

2.1. Физико-химические свойства

Ивабрадина гидрохлорид



Эмпирическая формула: $C_{27}H_{36}N_2O_5 \cdot HCl$.

Молекулярная масса: 505,05.

Регистрационный номер CAS: 148849-67-6.

Ивабрадина гидрохлорид – порошок от белого до светло-желтого цвета, температура плавления 192 °С, растворим в воде, спирте метиловом, спирте этиловом 96%-м, диметилсульфоксиде.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.2. Токсикологическая характеристика

Ивабрадин – антиангинальный препарат, снижает частоту сердечных сокращений, умеренно опасен при введении в желудок, малотоксичен при внутрибрюшинном введении, оказывает слабое кожно-резорбтивное действие, проявляет кумулятивную активность средней степени выраженности.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) ивабрадина гидрохлорида в воздухе рабочей зоны 0,01 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 ивабрадина гидрохлорида метрологические характеристики не превышают значений, представленных в табл. 1 (при доверительной вероятности $P = 0,95$).

Таблица 1

Метрологические характеристики

Диапазон измерений массовой концентрации ивабрадина гидрохлорида, 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 0,005 до 0,05 вкл.	25	7	11	19	27

4. Метод измерений

Измерения массовых концентраций ивабрадина гидрохлорида выполняют методом спектрофотометрии.

Метод определения основан на способности растворов ивабрадина гидрохлорида в спирте этиловом 96%-м поглощать УФ-излучение.

Измерение производят при длине волны 220 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на аналитические аэрозольные фильтры. Минимально определяемое количество ивабрадина гидрохлорида в анализируемом объеме пробы – 20 мкг.

Нижний предел измерений массовой концентрации ивабрадина гидрохлорида в воздухе – 0,005 мг/м^3 (при отборе 4 000 дм^3 воздуха).

Метод специфичен в условиях производства таблеток с использованием ивабрадина гидрохлорида в качестве активной субстанции. Определению не мешают вспомогательные вещества, входящие в состав лекарственной формы: лактозы моногидрат, магния стеарат, крахмал, мальтодекстрин, кремния диоксид безводный коллоидный.

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 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г, диапазон взвешивания по шкале 1–100 мг, цена деления шкалы 1 мг, погрешность взвешивания по шкале ± 0,15 мг	ГОСТ OIML R 76-1—11
Набор гирь	ГОСТ OIML R 111-1
Аспирационное устройство трехканальное с диапазоном расхода 80—400 дм^3/мин и пределом допустимой погрешности ± 5 %	ТУ 4215-000-11696625—03
Колбы мерные, 2-50-2	ГОСТ 1770—74
Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-5, 1-1-2-10	ГОСТ 29227—91
Пробирки мерные с пришлифованными пробками	ГОСТ 1770—74
Секундомер	ГОСТ 5072—79

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

5.2. Реактивы

Ивабрадина гидрохлорид с содержанием основного вещества не менее 98,0 % в соответствии с НД (ЛСР-010387/08-231208)	
Спирт этиловый 96%-й, ректификованный	ГОСТ Р 51723—01

Примечание. Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией.

5.3. Вспомогательные устройства и материалы

Аналитические аэрозольные фильтры гидрофобные на основе перхлорвинила с площадью рабочей поверхности 20 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
Палочки стеклянные	ГОСТ 25336—82
Воронки химические	ГОСТ 25336-82
Кюветы кварцевые с толщиной оптического слоя 20 мм	
Дистиллятор	ГОСТ Р 50444
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 легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007—76, ГОСТ 12.1.005—88 с изменением 1.

6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ должны соблюдаться требования противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91. Должны быть в наличии средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90.

Необходимо провести обучение работающих правилам безопасности труда согласно ГОСТ 12.0.004—90.

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

6.4. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабо-

чей 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 в процессе тренировки 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 ивабрадина гидрохлорида с концентрацией 1 000 мкг/см^3 готовят растворением (0,05000 ± 0,00015) г ивабрадина гидрохлорида в спирте этиловом 96%-м в мерной колбе вместимостью 50 см^3.

Раствор устойчив в течение двух недель при хранении в холодильнике.

9.1.2. Рабочий раствор ивабрадина гидрохлорида № 1 с концентрацией 200 мкг/см^3 готовят разбавлением 10 см^3 основного раствора ивабрадина гидрохлорида спиртом этиловым 96%-м в мерной колбе вместимостью 50 см^3.

Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

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 ивабрадина гидрохлорида, устанавливают по шести сериям измерений по шести концентрациям вещества в каждой серии согласно табл. 2.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении ивабрадина гидрохлорида

Номер градуировочного раствора	Объем основного раствора ивабрадина гидрохлорида с массовой концентрацией 1 000 мкг/см^3, см^3	Объем рабочего раствора ивабрадина гидрохлорида № 1 с массовой концентрацией 200 мкг/см^3, см^3	Концентрация градуировочного раствора ивабрадина гидрохлорида, мкг/см^3	Содержание ивабрадина гидрохлорида в анализируемом объеме раствора, мкг
1	0,00	0,00	0,0	0,0
2	0,00	0,10	2,0	20,0
3	0,00	0,15	3,0	30,0
4	0,00	0,25	5,0	50,0
5	0,10	0,00	10,0	100,0
6	0,15	0,00	15,0	150,0
7	0,20	0,00	20,0	200,0

Градуировочные растворы устойчивы в течение суток.

На фильтры, помещенные в бюксы, пипеткой вместимостью 1 см^3 наносят основной раствор ивабрадина гидрохлорида с массовой концентрацией 1 000 мкг/см^3 и рабочий раствор ивабрадина гидрохлорида № 1 с массовой концентрацией 200 мкг/см^3 в соответствии с табл. 2. Фильтры подсушивают при комнатной температуре и с помощью пипетки вместимостью 5 см^3 приливают по 5 см^3 спирта этилового 96%-го и оставляют на 15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтры тщательно отжимают, растворы сливают в пробирки мерные вместимостью 10 см^3. Фильтры повторно обрабатывают 5 см^3 спирта этилового 96%-го, оставляют на 15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой, затем фильтры тщательно отжимают и удаляют. Растворы объединяют в мерных пробирках вместимостью 10 см^3 и доводят объем до метки спиртом этиловым 96%-м.

Оптическую плотность полученных градуировочных растворов измеряют в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм при длине волны 220 нм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (табл. 2, раствор № 1).

Строят градуировочную характеристику: на ось ординат наносят средние значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс – соответствующие им величины содержания ивабрадина гидрохлорида 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, в середине и в 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 ивабрадина гидрохлорида в образце для контроля, измеренное и найденное по градуировочной характеристике соответственно;

$K_{гр}$ – 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 проводят с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 с изменением 1 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и Руководства Р 2.2.2006—05 (приложение 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 аспирируют через три канала через фильтры, помещенные в фильтродержатели, снабженные металлической сеткой. Для определения массовой концентрации ивабрадина гидрохлорида на уровне ½ ОБУВ необходимо отобрать не менее 4 000 дм^3 воздуха в течение 10 мин.

Отобранные пробы могут храниться в бюксах в течение трех дней.

10. Выполнение измерения

Фильтры с отобранной пробой переносят в бюкс, приливают 5,0 см^3 спирта этилового 96%-го и оставляют на 15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтры тщательно отжимают, раствор сливают в другой бюкс. Фильтры повторно обрабатывают 5,0 см^3 спирта этилового 96%-го, оставляют на 15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой, затем фильтры тщательно отжимают и удаляют. Оба раствора последовательно фильтруют на химической воронке через бумажный фильтр в мерную пробирку с пришлифованной пробкой вместимостью 10 см^3. Объем раствора доводят до метки спиртом этиловым 96%-м и далее анализ проводят аналогично градуировочным растворам.

Оптическую плотность полученного анализируемого раствора измеряют в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм при длине волны 220 нм по отношению к раствору сравнения, используя чистый фильтр. Раствор сравнения необходимо предварительно профильтровать через бумажный фильтр.

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

Примечание. Фильтрование растворов анализируемых проб проводится для удаления нерастворимых в спирте этиловом 96%-м вспомогательных веществ, входящих в состав лекарственных форм, содержащих ивабрадина гидрохлорид.

11. Вычисление результатов измерений

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

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

a – содержание ивабрадина гидрохлорида в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

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

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

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

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

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

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

12. Оформление результатов измерения

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;

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

Если полученный результат измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «*массовая концентрация ивабрадина гидрохлорида менее 0,005 мг/м^3 (более 0,05 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:

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

C_{cp1}, C_{cp2} – средние значения массовой концентрации ивабрадина гидрохлорида, 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.

Периодичность контроля стабильности результатов выполнения 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.

Разработаны сотрудниками ООО «Алгама» (Сергеюк Н.П.), ГБОУ ВПО РНИМУ им. Н.И. Пирогова Минздрава России (Иванов Н.Г.), АО «ВНЦ БАВ» (Голубева М.И., Крымова Л.И.), ФГБНУ «НИИ МТ» (Макеева Л.Г.).

Приложение 1

Приведение объема воздуха к стандартным условиям

Приведение объема воздуха к стандартным условиям при температуре 293 К (20 °С) и атмосферном давлении 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

t °С	Давление Р, кПа/мм рт. ст.									
	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. БИКАЛУТАМИД	103
2. БОРТЕЗОМИБ	60
3. ВАЛСАРТАН	93
4. ДЕТРАЛЕКС	39
5. ИВАБРАДИНА ГИДРОХЛОРИД	50
6. ИМАТИНИБА МЕЗИЛАТ	71
7. КЕТОПРОФЕН	5
8. КЛАРИТРОМИЦИН	83
9. КОРАКСАН	50
10. ФЛОКУМАФЕН	15
11. ЭВЕРОЛИМУС	26

gost.e-ecolog.ru