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 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)

Методические указания МУК 4.1.3313—15

Свидетельство о государственной метрологической аттестации № 01.00225/205-78-11.

1. Назначение и область применения

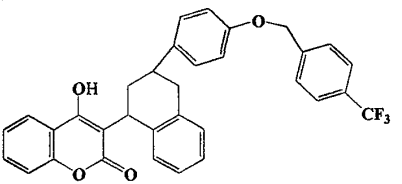
Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) для измерения массовой концентрации флокумафена в воздухе рабочей зоны в диапазоне массовых концентраций 0,0025—0,02 мг/м^3.

Методические указания носят рекомендательный характер.

2. Характеристика вещества

2.1. Физико-химические свойства

Флокумафен



Эмпирическая формула: $C_{33}H_{25}F_3O_4$.

Молекулярная масса: 542,6.

Регистрационный номер CAS 90035-08-8.

Флокумафен (смесь (1R, 3R)-и (1R, 3S)-изомеров) – белое кристаллическое вещество, без запаха, температура плавления 190 °С, температура разложения 280 °С, плотность 1,4 г/см^3, не растворим в воде, гексане, эфире, хорошо растворим в ацетоне, хлороформе, этаноле, ацетонитриле.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.2. Токсикологическая характеристика

Флокумафен является родентицидом антикоагулянтного типа (нарушает свертываемость крови, повышает проницаемость сосудов).

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) флокумафена в воздухе рабочей зоны 0,005 мг/м^3.

3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

При соблюдении всех регламентных условий и проведении анализа в точном соответствии с прописью методика обеспечивает выполнение измерений массовой концентрации флокумафена с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, представленных в табл. 1 (при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Таблица 1

Метрологические характеристики

Диапазон измерений массовой концентрации флокумафена, мг/м^3	Показатель точности (границы относительной погрешности), $\pm \delta$, % 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 0,0025 до 0,005 вкл.	44	13	20	36	49
Св. 0,005 до 0,02 вкл.	25	8	12	22	29

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации флокумафена выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с флуориметрическим детектором. Метод основан на разделении изомеров флокумафена на хроматографической колонке с сорбентом на основе химически модифицированных кремноземов с диаметром пор 110А и размером частиц 18 мкм с последующей регистрацией разделенных компонентов с помощью флуориметрического детектора. После разделения компонентов определяется смесь (сумма) изомеров. Сигнал детектора прямо пропорционален концентрации вещества.

Отбор проб проводят с концентрированием на бумажный обеззоленный фильтр (медленно фильтрующий).

Нижний предел измерений содержания флокумафена в анализируемом объеме пробы – 0,0048 мкг.

Нижний предел измерения концентрации флокумафена в воздухе 0,0025 мг/м^3 (при отборе 1 920 дм^3 воздуха).

Измерению не мешают сопутствующие вещества: триэтаноламин, триэтиленгликоль.

5. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы.

5.1. Средства измерений

Хроматограф жидкостный с флуориметрическим детектором, градиентной системой элюирования и автосемплером	
Аспирационное устройство пятиканальное с диапазоном расхода 80—400 дм^3/мин и пределом допустимой погрешности ± 5 %, № 4215-000-11696625-03	
Весы аналитические лабораторные электронные специального класса точности; предел взвешивания от 0,0001 г до 220 г, погрешность взвешивания по шкале ± 0,1 мг	
Набор гирь, Г-2-210	ГОСТ 7328—01
Колбы мерные, 2-25-2, 2-100-2, 2-500-2	ГОСТ 1770—74
Пипетки градуированные, 1-2-2-1, 1-2-2-2, 1-2-2-5, 1-2-2-10	ГОСТ 29227—91
Пробирки мерные с пришлифованными пробками, П-2-10-0,1ХС	ГОСТ 1770—74

Иономер лабораторный с пределом pH от –1 до +19 ед.	ГОСТ 22261—76
Секундомер механический с двумя шкалами емкостью 60 с и 30 мин, с погрешностью измерения ± 0,08 с за 60 с и ± 0,3 с за 30 мин	ГОСТ 8.423—81

Примечание. Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими техническими и метрологическими характеристиками.

5.2. Реактивы

Флокумафен с содержанием основного вещества не менее 99,4 %	НД 07032901
Ацетонитрил, осч	ТУ 6-09-14-2167—84
Тетрагидрофуран для ВЭЖХ	ТУ 2631-125-44493179—08
Дистиллированная вода	ГОСТ 6709—72
Кислота уксусная ледяная, хч	ГОСТ 61—75

Примечание. Допускается применение реактивов с более высокой квалификацией.

5.3. Вспомогательные устройства и материалы

Колонка аналитическая из нержавеющей стали длиной 150 мм и внутренним диаметром 4 мм, заполненная сорбентом на основе химически модифицированных кремноземов с диаметром пор 110А и размером частиц 18 мкм	
Фильтры бумажные обеззоленные (медленно фильтрующие), диаметр 5,5 см	ТУ 6-09-1678—77
Фильтродержатели	ТУ 95-72-05—77
Фильтр мембранный капроновый с диаметром пор не более 5 мкм	ТУ 9471-002-10471723—03
Бюксы стеклянные СВ 19/9, СВ 24/10	ГОСТ 25336—82
Палочки стеклянные	ГОСТ 25336—82
Колбы вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Установка для фильтрации элюента	
Дозатор переменного объема	

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 и ГОСТ 12.1.005—88 (с изменением 1).

6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ соблюдают 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 жидкостного хроматографа 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 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 операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускается специалист, имеющий высшее образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедший обучение и владеющий техникой анализа методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ), 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. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят при следующих условиях:

– температура воздуха (20 ± 5) °С;

– атмосферное давление (84—106) кПа;

– относительная влажность воздуха не более 80 %.

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

9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовку жидкостного хроматографа, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Основной стандартный раствор флокумафена в ацетонитриле с массовой концентрацией 960,0 мкг/см^3 готовят растворением (0,024 ± 0,0001) г флокумафена в ацетонитриле в мерной колбе вместимостью 25 см^3. Раствор устойчив в течение трех дней при хранении в холодильнике.

9.1.2. Стандартный раствор № 1 с массовой концентрацией флокумафена 48,0 мкг/см^3 готовят разбавлением 1,25 см^3 основного стандартного раствора флокумафена ацетонитрилом в мерной колбе вместимостью 25 см^3.

9.1.3. Стандартный раствор № 2 с массовой концентрацией флокумафена 96,0 мкг/см^3 готовят разбавлением 2,5 см^3 основного стандартного раствора флокумафена ацетонитрилом в мерной колбе вместимостью 25 см^3.

9.1.4. Стандартный раствор № 3 с массовой концентрацией флокумафена 144,0 мкг/см^3 готовят разбавлением 3,75 см^3 основного стандартного раствора флокумафена ацетонитрилом в мерной колбе вместимостью 25 см^3.

9.1.5. Стандартный раствор № 4 с массовой концентрацией флокумафена 192,0 мкг/см^3 готовят разбавлением 5,0 см^3 основного стандартного раствора флокумафена ацетонитрилом в мерной колбе вместимостью 25 см^3.

9.1.6. Стандартный раствор № 5 с массовой концентрацией флокумафена 240,0 мкг/см^3 готовят разбавлением 6,25 см^3 основного стандартного раствора флокумафена ацетонитрилом в мерной колбе вместимостью 25 см^3.

9.1.7. Стандартный раствор № 6 с массовой концентрацией флокумафена 360,0 мкг/см^3 готовят разбавлением 9,4 см^3 основного стандартного раствора флокумафена ацетонитрилом в мерной колбе вместимостью 25 см^3.

Растворы устойчивы в течение недели при хранении в холодильнике.

9.1.8. Элюент А: 0,1%-й (об.) раствор уксусной кислоты: 0,5 см^3 ледяной уксусной кислоты вносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой (pH 3,4 устанавливают с помощью pH-метра).

Элюент хранят в герметичной стеклянной посуде в холодильнике в течение месяца.

9.1.9. Элюент В: 2%-й (об.) тетрагидрофуран в ацетонитриле готовят в колбе вместимостью 500 см^3: к 490,0 см^3 ацетонитрила приливают 10,0 см^3 тетрагидрофурана.

Элюент хранят в герметичной стеклянной посуде в холодильнике в течение месяца.

Подвижная фаза:

Время, мин	Элюент А, % по объему	Элюент В, % по объему
0	40	60
20	0	100

9.2. Подготовка прибора

Подготовку жидкостного хроматографа проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

Проверка пригодности хроматографической системы.

Хроматографическая система считается пригодной, если выполняется следующее условие: относительное стандартное отклонение, рассчитанное для площади пика флокумафена, должно быть не более 2 %.

9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость суммы площадей пиков изомеров флокумафена-1 и флокумафена-2 (приборные единицы) от содержания флокумафена в градуировочном объеме раствора, устанавливают по методу абсолютной калибровки по шести сериям измерений, по пяти концентрациям в каждой серии следующим образом: на фильтры, помещенные в стаканчики, наносят по 0,1 $см^3$ каждого стандартного раствора с массовой концентрацией 48,0; 96,0; 144,0; 192,0; 240,0 и 360,0 мкг/$см^3$, что соответствует 4,8 мкг, 9,6 мкг, 14,4 мкг, 19,2 мкг, 24,0 мкг и 36,0 мкг. После чего фильтры подсушивают при комнатной температуре, затем заливают 5,0 $см^3$ ацетонитрила и оставляют на 15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр отжимают, раствор сливают в пробирку, а фильтр повторно заливают 5,0 $см^3$ ацетонитрила и оставляют на 15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр отжимают. Экстракты объединяют. Объем растворов доводят до 10,0 $см^3$ ацетонитрилом.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении флокумафена

Номер градуировочного раствора	Объем и номер рабочих стандартных растворов флокумафена, $см^3$	Объем ацетонитрила, $см^3$	Массовая концентрация флокумафена в градуировочном растворе, мкг/$см^3$	Содержание флокумафена в хроматографируемом объеме градуировочных растворов, мкг
1	0,0	10,0	0,0	0,0
2	0,1 $см^3$ раствор № 1	10,0	0,48	0,0048
3	0,1 $см^3$ раствор № 2	10,0	0,96	0,0098
4	0,1 $см^3$ раствор № 3	10,0	1,44	0,0144
5	0,1 $см^3$ раствор № 4	10,0	1,92	0,0192
6	0,1 $см^3$ раствор № 5	10,0	2,40	0,024
7	0,1 $см^3$ раствор № 5	10,0	3,60	0,036

Градуировочные растворы устойчивы в течение трех дней при хранении в холодильнике.

Инжектируют в хроматограф по 0,01 $см^3$ каждого из градуировочных растворов, что соответствует 0,0048; 0,0096; 0,0144; 0,0192; 0,024 и 0,036 мкг флокумафена в хроматографируемом объеме градуировочных растворов (табл. 2).

По полученным данным строят градуировочную характеристику зависимости суммы площадей пиков изомеров (приборные единицы) от содержания флокумафена в хроматографируемом объеме (мкг).

9.4. Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб

Температура термостата колонки	20 °С
Градиент В от 60 до 100 % за 20 мин	
Скорость подачи элюента	1,0 $см^3$/мин
E_x	310 нм
E_m	390 нм
Чувствительность	1
Объем вводимой пробы	0,01 $см^3$

Порядок выхода изомеров флокумафена: флокумафен-1, затем флокумафен-2.

9.5. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировки проводят не реже 1 раза в три месяца, а также при смене реактивов или изменении условий анализа.

Для контроля стабильности используют вновь приготовленные градуировочные растворы с массовой концентрацией исследуемого вещества в начале, середине и в конце диапазона измерений, которые анализируют в точном соответствии с прописью методики.

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

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

$S_{изм}$, $S_{гр}$ – значение суммы площадей пиков изомеров (приборные единицы) флокумафена 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 повторно анализируют этот образец для исключения результата, содержащего грубую ошибку.

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

9.6. 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 (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 80 дм^3/мин аспирируют в течение 24 мин через фильтр, помещенный в фильтродержатель (снабженный металлической сеткой).

Для измерения ½ ОБУВ флокумафена необходимо отобрать 1 920 дм^3 воздуха. При отборе измеряют расход, время, атмосферное давление, температуру воздуха.

Фильтры с отобранной пробой хранят в бюксах в холодильнике в течение недели.

10. Выполнение измерений

После отбора пробы фильтр помещают в химический бюкс вместимостью 25 см^3 и добавляют 5,0 см^3 ацетонитрила, помешивая при этом стеклянной палочкой в течение 15 мин, затем фильтр тщательно отжимают, раствор сливают в другой бюкс.

Фильтр повторно обрабатывают 5,0 см^3 ацетонитрила, помешивая при этом стеклянной палочкой в течение 15 мин, снова тщательно отжимают и удаляют. Экстракты объединяют. Объем растворов доводят до 10,0 см^3 ацетонитрилом. Для анализа отбирают 0,01 см^3 полученного раствора. Хроматографический анализ выполняют в тех же условиях, что и хроматографирование градуировочных растворов.

Регистрируют не менее двух хроматограмм для каждой пробы.

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

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию флокумафена 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 флокумафена в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

B – общий объем раствора пробы, см^3;

$б$ – хроматографируемый 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:

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

C_1, C_2 – результаты параллельных определений массовой концентрации флокумафена 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 анализа

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 измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «*массовая концентрация флокумафена менее 0,0025 мг/м^3 (более 0,02 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 показателя воспроизводимости по формуле:

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

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

Периодичность контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в руководстве по качеству лаборатории.

Разработаны НИЦ «Экос» ООО «Алгама» (В.А. Смирнов).

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