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

4.1. МЕТОДЫ КОНТОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.2243—4.1.2259—07

Выпуск 49

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—224 с.

1. Подготовлены: ГУ НИИ медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьёва, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Н. Л. Гришечко, Г. Ф. Громова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол № 2 от 21.06.2007).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 19.11.09

Формат 60x88/16 Печ. л. 14,0

Тираж 500 экз. Заказ

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
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

Содержание

Введение 5
Измерение массовых концентраций бенз(а)пирена в воздухе рабочей зоны спектрально-флуоресцентным методом: МУК 4.1.2243—07 6
Измерение массовых концентраций 2-бензил-4-хлорфенола (БХФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2244—07 30
Измерение массовых концентраций 2-[4-(1,3-бензодиоксол-5-илметил)-1-пиперазинил]пиримидина (ПИРИБЕДИЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2245—07 43
Измерение массовых концентраций 3-[3-(1,1'-бифенил)-4-ил-1,2,3,4-тетрагидро-1-нафталенил]-4-гидрокси-Н-1-бензопиран-2-она (дифенакум) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии(ВЭЖХ): МУК 4.1.2246—07 53
Измерение массовых концентраций N-[[(гексагидроциклопента[с]пиррол-2(1Н)-ил)амино]карбонил]-4-метилбензенсульфонамида (ГЛИКЛАЗИД) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2247—07 63
Измерение массовых концентраций 3-(аминосульфонил)-4-хлор-N-(2,3-дигидро-2-метил-1Н-индол-1-ил)бензамида (ИНДАПАМИД) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2248—07 74
Измерение массовых концентраций 2-фенилфенола (4-фенилгидроксибензола, орто-фенилфенола, ФФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2249—07 84
Измерение массовых концентраций (±)-цис-1-Ацетил-4-[4-[[2-(2,4-дихлорфенил)-2-(1Н-имидазол-1-илметил)-1,3-диоксолан-4-ил]метокси]фенил]пиперазина (КЕТОКОНАЗОЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2250—07 97
Измерение массовых концентраций тетракарбонила никеля (ТКН) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2251—07 112
Измерение массовых концентраций суммы стероидных сапонинов Юкки Шидигера в воздухе рабочей зоны методом хромато-масс-спектрометрии: МУК 4.1.2252—07 130
Измерение массовых концентраций (±)-N-метил-гамма-[4-(трифторметил) фенокси] бензолпропанамина гидрохлорида (флуоксетин) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2253—07 146

Измерение массовых концентраций поли-1,4β-О-ацетатбутаноат-Д-пиранозил-Д-глюкопиранозы (АЦЕТОБУТИРАТ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ) спектрофотометрическим методом в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2254—07 156

Измерение массовых концентраций N-[2-[(2,6-диметилфенил)амино]-2-оксоэтил]-N,N-диэтил-бензолметанаминийбензоата (бензилдиэтил ((2,6-ксилилкарбомоил)-метил)аммоний бензоата, денатония бензоата, битрекса) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2255—07 166

Измерение массовых концентраций диметилсульфоксида (ДМСО) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2256—07 179

Измерение массовых концентраций 2-(диметиламино)этанола (N,N-диметилэтаноламина), 1,4-диазабицикло [2,2,2]октана (триэтилендиамина) и 2-аминоэтанола (этаноламина) при совместном присутствии их в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом: МУК 4.1.2257—07 190

Измерение массовых концентраций ди-(2-гидроксиэтил)-амина (диэтаноламина) методом газовой хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2258—07 205

Измерение массовых концентраций 3-изотиоцианатпроп-1ена (2-пропенилизотиоцианат, горчичное масло) методом спектрофотометрии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2259—07 215

Введение

Сборник Методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 49) 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 12.1.005-88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТ Р 8.563-96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерениий», ГОСТ Р ИСО 5725-(части 1-6) «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 2.2.5.1314-03 «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 центров Госсанэпиднадзора, 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
Г. Г. Онищенко
17 августа 2007 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций бенз(а)пирена в воздухе рабочей зоны спектрально-флуоресцентным методом

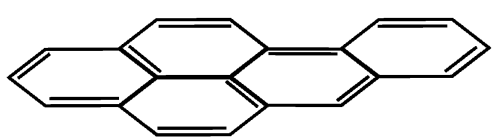
Методические указания
МУК 4.1.2243—07

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нём бенз(а)пирена (БП) спектрально-флуоресцентным методом в диапазоне массовых концентраций от 0,000050 до 0,10 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула $C_{20}H_{12}$

2.3. Молекулярная масса 252

2.4. Регистрационный номер CAS – 50-32-8.

2.5. Физико-химические свойства:

БП – кристаллическое вещество бледно-желтого цвета, $t_{пл.}$ 176,5 °С,

$t_{кип.}$ 310 °С при 10 мм рт.ст. Хорошо растворим в углеводородах (бензоле, циклогексане, гексане, н-октане и др.), а также в эфирах и одноосновных спиртах. Нерастворим в воде.

В воздухе находится в виде аэрозолей.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Бенз(а)пирен обладает канцерогенным действием и кумулятивным эффектом.

Класс опасности – первый.

Среднесменная предельно допустимая концентрация ($ПДК_{с.с.}$) в воздухе рабочей зоны – 0,00015 мг/м^3.

3. Метрологические характеристики

Таблица 1

Диапазон измерений, значения характеристики относительной погрешности и её составляющих при доверительной вероятности P=0,95

Диапазон измерений массовой концентрации бенз(а)пирена в воздухе С, мг/м^3	Показатель точности (границы относительной погрешности) при доверительной вероятности 0,95, δ, %*)	Границы неисключённой относительной систематической погрешности при доверительной вероятности 0,95, %	Среднеквадратическое отклонение относительной случайной погрешности (СКО повторяемости) измерений массы бенз(а)пирена в экстракте, %
0,000050 до 0,10	± 25	± 15	7,5
*) Соответствуют расширенной неопределённости при коэффициенте охвата 2.			

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации БП включает следующие стадии:

- отбор воздушной пробы с улавливанием БП на фильтр АФА-ВП-10;
- экстракцию БП этиловым спиртом или гексаном;
- перевод БП в н-октан;
- количественное определение БП в н-октане спектрально-флуоресцентным методом по квазилинейчатым спектрам, наблюдаемым при температуре жидкого азота;
- вычисление массовой концентрации БП в анализируемом воздухе.

Для избирательного возбуждения свечения БП в замороженном при температуре жидкого азота н-октане используется монохроматическое излучение при длине волны 388 нм. Такое селективное возбужде-

ние в известной степени компенсирует отсутствие предварительной хроматографии проб, что особенно важно, в случае наличия в пробе бенз(k)флуорантена (БkФ), поскольку основная аналитическая линия БП – 403 нм, а БkФ – 403,4 нм.

Определению БП мешает БkФ при содержании более чем в десять раз, превышающем содержание БП в пробе. В связи с этим необходима проверочная запись того же участка спектра при тех же режимных параметрах, но при длине волны возбуждения 310 нм (соответствующей максимальному возбуждению БkФ). Появляющийся при этих условиях пик при 403 нм представляет собой практически полностью свечение БkФ. Если интенсивность этого пика превышает интенсивность такого же пика при возбуждении светом длиной волны 388 нм не более, чем на 50 %, то в этом случае погрешность анализа за счет присутствия в экстракте БkФ, при выбранных условиях возбуждения, не превысит 2 % и этим можно пренебречь. При большей разнице интенсивностей описываемых пиков следует проводить хроматографическое выделение фракции БП (см. Вариант III).

Количественное определение БП в н-октане проводится **методом внутреннего стандарта** с бенз(g,h,i)периленом (БПЛ) **(Вариант I)** или **методом добавок БП (Вариант II).**

При анализе **методом внутреннего стандарта** регистрируется область спектра флуоресценции от 395 нм до 412 нм, измеряется интенсивность по площади (высоте) аналитических пиков БП – при длине волны 403 нм и БПЛ – при длине волны 406 нм.

При выбранных в методике условиях возбуждения свечение БПЛ в десятки раз слабее свечения БП. Поэтому БПЛ, присутствующий в самих экстрактах, практически не возбуждается и не оказывает влияния на результаты анализа..

При анализе **методом добавок** регистрируется область спектра флуоресценции при длинах волн от 395 нм до 420 нм, измеряется интенсивность (площадь) двух аналитических пиков БП при длинах волн 403 и 408 нм.

Количественное определение БП по вариантам I и II, без выделения фракции БП, апробировано для воздуха рабочей зоны следующих производств: электролитического получения алюминия, электродной продукции, асфальта, пекопропиточных изделий, коксохимии, а также при использовании топливопотребляющих агрегатов и транспортных средств.

В пробах воздуха рабочей зоны других производств могут находиться вещества, мешающие определению БП, поэтому необходимо провести для этих проб апробирование методики.

При записи спектра флуоресценции БП в н-октановом растворе пробы в условиях, указанных в п. 9.4. или 15.2. возможны два случая:

а) наблюдаются пики, по которым можно идентифицировать БП и количественно его определить по данной методике.

б) наблюдаются пики, по которым нельзя идентифицировать БП, тем более количественно его определить.

В этих случаях следует провести количественный анализ БП, предварительного выделив фракцию БП методом тонкослойной хроматографии.

Если в случае а) разница в результатах анализа без хроматографии и с выделением фракции БП не будет превышать ± 25 %, то можно проводить количественное определение БП без его выделения.

В случае б) количественный анализ БП возможен только при выделении фракции БП и дальнейшем определении по первому или второму варианту.

Хроматографическое выделение фракции БП описано в Варианте III.

Нижний предел измерения массовой концентрации БП в октане 0,001 мкг/см^3.

Нижний предел измерения массовой концентрации БП в воздухе 0,00005 мг/м^3 (при отборе 200 дм^3 воздуха).

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Флуоресцентный спектрофотометр F-4500 фирмы «Hitachi» с двумя монохроматорами, имеющий щели возбуждения и эмиссии в диапазоне 1,5—2,5 нм, с приставкой для замораживания проб жидким азотом и набором кварцевых кювет-трубочек с внутренним диаметром 5 мм или 3 мм (анализ методом внутреннего стандарта, Вариант I)	
Люминесцентный спектрофотометр LS-50B фирмы «Perkin Elmer» с низкотемпературной приставкой и набором кювет-трубочек с внутренним диаметром 2 мм	

(анализ методом добавок, Вариант II), *далее по тексту спектрофлуориметры*;	
Колбы мерные 2-25-2, 2-50-2, 2-100-2	ГОСТ 1770—74
Автоматические пипетки, вместимостью 0,05; 0,1; 0,2; 0,25 $см^3$ или с переменным объемом от 0,1 до 1 $см^3$ с погрешностью не более 1,0 %	ТУ 9452-001-33189998—95
Цилиндры с пришлифованными пробками 2(4)-50-2; 2(4)-100-2; 2(4)-200-1	ГОСТ 1770—74
Пипетки градуированные 1(2,3) – 1(2) – 2 – 1; 1(2,3) – 1(2) – 2 – 2; 1(2,3) – 1(2) – 2 – 5; 1(2,3)–1(2)–2 –10	ГОСТ 29227—91
Химические пробирки с притёртыми пробками градуированные П-2-5-14/23 ХС, П-2-10-14/23 ХС	ГОСТ 1770—74
Секундомер не ниже 3 класса точности	ГОСТ 5072—91
Барометр БАММ-1 с погрешностью ± 0,8 мм рт.ст.	ГОСТ 2405—88
Термометр лабораторный ТЛ-2 (0 – 55) °С с ценой деления 1 °С	ГОСТ 29224—91
Индивидуальное пробоотборное устройство ПУ-1Эпм	ТУ 4215-000-11696625—2003
Весы аналитические, с ценой деления ± 0,1 мг	ГОСТ 24104—2001
Установка ультразвуковая, рабочая частота 22 кГц ± 7 % с водяной баней	ТУ СУРЗ.836.008 ПС
Фильтродержатели ИРА-10	ТУ 95.72.05—77
Фильтры АФА-ВП-10	ТУ 95-743—80
Шланги резиновые, диаметром 6 мм	ГОСТ 10515—75
Фильтры обеззоленные «синяя лента» ФО-ФС-15	ТУ 2642-001-42624157—98
Бюксы стеклянные СВ 19/9, СВ 24/10	ГОСТ 25336—82
Стаканы стеклянные ВН-1-50 ТС, ВН-1-100 ТС	ГОСТ 25336—82
Стеклянные палочки	ГОСТ 25336—82
Склянки темного стекла с притертой пробкой, вместимостью 100 $см^3$	
Сосуд Дьюара СДС-6 исп. КВ 6086.000	ТУ 304-14-010—97
Облучатель на длины волн 254 и 365 нм (УФС-254/365)	ТУ 4215-004-16943778—99
Набор для тонкослойной хроматографии или патроны Диапак (для Варианта III)	ТУ 4215-002-05451931—94

5.2. Реактивы

ГСО БП в гексане № 7515-98 (массовая концентрация в пределах 95—105 мкг/см^3, погрешность не более 2 %)	
Бенз(g,h,i)перилен, с содержанием основного вещества не менее 98 %, фирмы «Aldrich» (для анализа методом внутреннего стандарта, Вариант I),	
Н-октан, ч	ТУ 6-09-3748—74
Спирт этиловый ректификованный технический	ГОСТ 18-300—87
Диэтиловый эфир, ч	ТУ 84-555—76
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Гексан, ч.д.а.	ТУ 2631-003-05807999—98
Азот жидкий	ГОСТ 9293—74
(для Варианта III):	
Бензол, ч.д.а.	ГОСТ 5955—75
Оксид алюминия 2-ой степени активности по Брокману	ТУ 6-09-3916—75

Применяемые средства измерений должны быть поверены в установленные сроки, иметь клеймо или свидетельство о поверке.

Допускается использование других средств измерений, имеющих аналогичные или лучшие технические и метрологические характеристики.

Допускается использование реактивов аналогичной или более высокой квалификации, изготовленных по другой нормативно-технической документации, в том числе и импортных.

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 ПОТ Р М-004—97 «Межотраслевые правила по охране труда при использовании химических веществ».

6.2. При проведении анализов с использованием горючих и вредных веществ необходимо соблюдать меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90.

6.3.Необходимо соблюдать правила эксплуатации приборов согласно их техническому описанию и инструкции по эксплуатации. Требования электробезопасности при работе с электроустановками необходимо соблюдать по ГОСТ 12.1.019—79.

6.4. Работу с органическими растворами канцерогенных веществ следует проводить в вытяжном шкафу и в резиновых перчатках. Растворы БП должны храниться в закупоренных емкостях. При попадании раствора БП на кожу необходимо срочно промыть её проточной водой с моющим средством, а затем обработать этот участок кожи этиловым спиртом.

6.5. При работе на промышленной площадке (отбор проб) оператор должен пройти инструктаж по технике безопасности и соблюдать правила техники безопасности принятые на предприятии.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений на приборе и обработке их результатов допускаются лица, имеющие квалификацию химика-аналитика, прошедшие курс обучения работе на спектрофлуориметре, освоившие метод анализа и изучившие данные МУК.

Оператор, осуществляющий отбор проб, должен иметь опыт работы или пройти стажировку. Приступать к проведению пробоотбора следует после изучения соответствующего раздела МУК.

8. Условия измерений

8.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят в следующих условиях:

- температура воздуха (20 ± 5) °С,
- атмосферное давление 84—106 кПа (630-800 мм рт.ст.),
- относительная влажность воздуха не более 80 % при температуре 25 °С.
- напряжение в сети 220 ± 22 В

8.2. Измерения на спектрофлуориметре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерений

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

9.1. Подготовка прибора

Подготовку спектрофлуориметра проводят в соответствии с Руководством по его эксплуатации.

9.2. Подготовка растворителей

Все растворители, используемые в анализе, проверяют на присутствие флуоресцирующих примесей: контролируют записью спектра флуоресценции БП в условиях анализа на спектрофлуориметре. В используемых для анализа растворителях должны отсутствовать флуоресцирующие примеси.

Вариант I. Измерение массовых концентраций БП методом внутреннего стандарта.

9.3. Приготовление исходных и градуировочных растворов БП и БПЛ

9.3.1. Исходный раствор БП с массовой концентрацией **1,00 мкг/см^3** готовят из государственного стандартного образца (ГСО БП в гексане № 7515—98 с массовой концентрацией 100 мкг/см^3): 1,0 см^3 раствора ГСО помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доводят до метки н-октаном, полученный раствор тщательно перемешивают.

9.3.2. Градуировочный раствор с массовой концентрацией БП 0,0100 мкг/см^3 готовят разбавлением 1,0 см3 исходного раствора в 100 раз н-октаном в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

9.3.3. Для приготовления исходного раствора БПЛ в н-октане с массовой концентрацией 50,0 мкг/см^3 берут навеску БПЛ 10,0 мг с точностью до 0,1 мг и растворяют в мерной колбе, вместимостью 200 см^3, при тщательном перемешивании. Раствор выдерживают при комнатной температуре не менее двух часов. Используя УФ-облучатель, пропускающий пучок света с максимумом при длине волны 365 нм, контролируют отсутствие в растворе светящихся кристаллов БПЛ.

9.3.4. Градуировочный раствор БПЛ с массовой концентрацией 0,50 мкг/см^3 готовят разбавлением 1,00 см^3 исходного раствора БПЛ (С=50,0 мкг/см^3) в 100 раз н-октаном в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

Исходные и градуировочные растворы БП и БПЛ следует хранить в узкогорлой посуде с хорошо пришлифованной пробкой и заполненной не менее чем на ¾ объема, в холодильнике при температуре *минус* 10—0 °С. Объём растворов, оставленных на хранение фиксируют специальной меткой для наблюдения возможного испарения растворителя в процессе хранения.

Срок хранения исходного и градуировочного растворов БП в н-октане 1 год.

Примечание. Растворы БП могут использоваться и после указанного срока, при условии положительных результатов контроля стабильности градуировочной характеристики по п.13.1.2., проведённого с использованием этих растворов.

Растворы БПЛ можно хранить в течение нескольких лет, если не наблюдается изменения объёма раствора.

9.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочная характеристика выражает зависимость между отношением площадей (высот) аналитических пиков БП и БПЛ в спектре флуоресценции и отношением масс БП и БПЛ в смеси градуировочных растворов БП и БПЛ (далее – градуировочной смеси, ГС).

Градуировочную характеристику устанавливают при внедрении методики, после проведения ремонта прибора, а также в случае получения неудовлетворительного результата при контроле стабильности градуировочной характеристики по п. 13.1, но не реже 1 раза в месяц

Градуировочную характеристику устанавливают при записи спектров 6 градуировочных смесей с соотношениями масс БП/БПЛ, указанных в табл. № 2.

Каждую градуировочную смесь готовят не менее трех раз. В табл. 2 приведены объемы смешиваемых градуировочных растворов в кюветах-трубочках с внутренним диаметром 3 мм, при использовании кювет-трубочек с диаметром 5 мм увеличивают смешиваемые объемы в 2 раза.

Таблица 2

Градуировочные смеси для установления градуировочной характеристик и при определении БП методом внутреннего стандарта

№ № град. смесей	Объемы смешиваемых градуировочных растворов, $см^3$		Объем н-октана, $см^3$	Соотношение масс БП/БПЛ в градуировочной смеси (Х)
	БП с массовой концентрацией 0,010 $мкг/см^3$	БПЛ с массовой концентрацией 0,50 $мкг/см^3$		
1	0,10	0,20	-	0,010
2	0,10	0,15	0,05	0,013
3	0,10	0,10	0,10	0,020
4	0,15	0,10	0,05	0,030
5	0,20	0,10	-	0,040
6	0,15	0,05	0,10	0,060

Градуировочные смеси хорошо перемешивают. При хранении в затемненном месте при комнатной температуре, они устойчивы в течение 8 ч.

Условия записи спектров флуоресценции градуировочных смесей:

длина волны возбуждения – 388 нм,

диапазон спектра флуоресценции – от 395 до 412 нм,

скорость сканирования – 15 – 60 нм/мин (выбирается одно значение в указанном в диапазоне),

щели возбуждения и эмиссии – по 1,5—2,5 нм (выбирается одно значение в указанном диапазоне),

напряжение на фотоумножителе – 700 или 750 В (выбирается одно значение, согласно рекомендациям Руководства по прибору)

число сканирований для получения усредненного спектра – 3.

Кювету-трубочку с градуировочной смесью медленно, в течение 30 с погружают в сосуд Дьюара с жидким азотом, закрепленный в отделении для образца спектрофлуориметра.

Далее производят запись спектра флуоресценции и наблюдают разрешенные аналитические пики при 403 нм (БП) и 406 нм (БПЛ).

Проводят линии основания для аналитических пиков БП (403 нм) и БПЛ (406 нм) и подсчитывают их площадь над линией основания по программе прибора.

Рассчитывают отношение площадей аналитических пиков БП и БПЛ (Y):

$$S_{БП} : S_{БПЛ} = Y \qquad (1)$$

Для каждой i-ой градуировочной смеси получают три значения Y_i и рассчитывают среднее значение $Y_{i\ ср.}$

Значения отношений площадей аналитических пиков БП и БПЛ для i-той градуировочной смеси признают приемлемыми, если разность между наибольшим и наименьшим значениями не превышает установленный норматив (для P = 0,95):

$$\frac{Y_{i\ max} - Y_{i\ min}}{Y\ i\ cp} \cdot 100 \le 24\text{, где} \qquad (2)$$

$Y_{i\ max}$, $Y_{i\ min}$ – соответственно максимальное и минимальное значения отношения площадей аналитических пиков БП и БПЛ для i-той градуировочной смеси;

Градуировочная характеристика представляет собой прямолинейную зависимость, выражаемую уравнением:

$$Y = K\ X + B\text{, где} \qquad (3)$$

X – отношение масс БП и БПЛ в градуировочной смеси (в долях единицы),

Y – отношение площадей аналитических пиков БП и БПЛ (в долях единицы).

Расчет коэффициентов прямой (К, В) проводят с использованием программы прибора или в **Excel.** Величина достоверности аппроксимации (R^2) при построении прямой должна быть не ниже 0,98.

Градуировочную характеристику признают приемлемой при выполнении условия:

$$\theta_{irx} = \frac{|Y_{icp} - Y_{irx}|}{Y_{irx}} \cdot 100 \le 10 \text{ , где} \qquad (4)$$

θ_{irx} – относительное отклонение среднего значения отношения площадей (высот) аналитических пиков БП и БПЛ для i-той градуировочной смеси – ($Y_{i\,ср}$) от соответствующей точки на установленной градуировочной характеристике ($Y_{i\,гх}$), %.

Примечание. Аналогично вышеописанному устанавливают градуировочную характеристику при измерении высот аналитических пиков БП и БПЛ и вычислении их соотношений.

На спектрах флуоресценции проводят линии основания у пиков при 403 и 406 нм; на них опускают вертикальные линии с верхней точки пика до пересечения с линией основания пика. Измеряют высоты и вычисляют их соотношение:

$$h_{БП} : h_{БПЛ} = Y \qquad (5)$$

9.5. Отбор проб воздуха

Отбор проб следует производить с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и рекомендаций Руководства Р 2.2.2006—05 (прилож. 9, «Общие методические требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны», п. 3. Контроль за соблюдением среднесменной ПДК).

Воздух аспирируют с объёмным расходом 10 дм^3/мин. через фильтр АФА-ВП-10.

Объем отобранного воздуха для измерения ½ ПДК БП составляет 130 дм^3.

При отборе измеряют расход (по показаниям ротаметра), время, атмосферное давление, температуру воздуха.

Экспонированные фильтры складывают пополам, затем помещают в конверт из кальки или полиэтилена и заворачивают в черную бумагу. До проведения экстракции фильтры могут храниться не более 30 дней при температуре не выше 10 °С и в темном месте.

10. Выполнение измерения

10.1. Экстракция БП

Экстракцию уловленного БП с фильтра проводят с помощью ультразвуковой водяной бани. В качестве экстрагента используют этиловый спирт или гексан.

Фильтр помещают в термостойкий химический стаканчик, вместимостью 50—100 $см^3$, заливают 25—30 $см^3$ экстрагента, прижимая фильтр стеклянной палочкой. Экстракцию проводят трех-четырех кратно (по 15—20 мин) – до исчезновения свечения порции экстракта под УФ-светом. Порции экстрактов после отстаивания аккуратно сливают через фильтр «синяя лента» в узкогорлую посуду с притертой пробкой из стекла или полипропилена, **тщательно перемешивают**. Расход этилового спирта при экстракции в ультразвуковой водяной бане примерно 100 $см^3$.

До проведения анализа экстракты в плотно закрытой посуде можно хранить в темном месте в течение месяца.

10.2. Получение раствора пробы в н-октане

Для записи квазилинейчатого спектра БП необходимо получить раствор пробы в н-октане с содержанием БП в пределах от 0,001 до 0,05 $мкг/см^3$.

Перед проведением количественного анализа полученный исходный экстракт пробы просматривают в УФ-свете. При очень слабой флуоресценции весь экстракт испаряют до последних капель при температуре не более 40 °С на водяной бане и добавляют 2 $см^3$ н-октана.

При наличии выраженной флуоресценции аликвоту исходного спиртового экстракта испаряют до последних капель и добавляют н-октан.

Если использовали в качестве экстрагента гексан, то аликвоту экстракта смешивают с н-октаном. Получению квазилинейчатого спектра БП в н-октане не мешает присутствие гексана в количестве до $^1/_3$ объе-

ма раствора. Количество добавляемого к аликвоте н-октана зависит от необходимой степени разбавления исходного экстракта.

10.3. Проведение анализа холостой пробы

Для каждой партии проб проводят анализ холостой пробы. Экстрагируют этиловым спиртом неэкспонированный фильтр из партии, которая использовалась для данной серии анализов. Определяют БП в холостой пробе по варианту измерений I или II (объем пробы концентрируют до 1 $см^3$).

В случае обнаружения в холостой пробе БП выясняют причины его появления (проверяют наличие БП в экстрагентах, чистоту используемой посуды и т. д.) и устраняют их.

10.4. Количественное определение БП

При выбранных в методике параметрах прибора (п. 9.4.) записывают спектр флуоресценции БП в н-октановом растворе пробы. Для этого в кювету-трубочку вносят пипеткой или автоматическим дозатором 0,2—0,4 $см^3$ (в зависимости от рабочего объема кюветы-трубочки) н-октанового раствора пробы. В полученном спектре наблюдают два аналитических пика при 403 нм (интенсивный) и 408 нм (слабый), идентифицирующие БП в пробе. (Третий пик БП при 428 нм, средней интенсивности).

Если в спектре наблюдают пики при 403 нм и при 412 нм, значит в пробе присутствует Б(k)Ф, в количестве более чем десятикратно превышающем содержание БП. В этом случае требуется хроматографическое выделение фракции БП.

Готовят смесь н-октанового раствора пробы и градуировочного раствора БПЛ с массовой концентраций 0,50 мкг/$см^3$ (далее смесь) непосредственно в кювете-трубочке. Объем смеси составляет 0,3 $см^3$ для кюветы с внутренним Ø 3 мм и 0,6 $см^3$ для кюветы с внутренним Ø 5 мм.

Возможны следующие соотношения объёмов раствора пробы в н-октане ($см^3$) и градуировочного раствора БПЛ ($см^3$): 0,05/0,25; 0,10/0,20; 0,15/0,15; 0,20/0,10; 0,25/0,05. При использовании трубочки-кюветы с внутренним диаметром 5 мм смешиваемые объемы увеличивают в 2 раза, также возможны другие варианты соотношений.

Пример обнаружения концентрации БП, равной 0,001 мкг/$см^3$:

$$\frac{0{,}001 \cdot 0{,}25}{0{,}50 \cdot 0{,}05} = 0{,}01\ (\textit{первая точка ГХ})\text{, где}$$

0,25 – объем градуировочного раствора БПЛ, см^3;

0,05 – объем раствора пробы в н-октане, см^3;

0,5 – массовая концентрация БПЛ в градуировочном растворе, мкг/ см^3.

Соотношение смешиваемых растворов выбирают, ориентируясь на интенсивность пиков БП в первичной записи спектра пробы.

Кювету закрывают полипропиленовой пробочкой и, покачивая, перемешивают содержимое. Медленно опустив её в сосуд Дьюара криоприставки прибора, производят запись спектра в условиях установления градуировочной характеристики.

Спектр флуоресценции анализируемой смеси должен быть аналогичен одному из полученных при установлении градуировочной характеристики. Убедившись, что анализируемая смесь приготовлена удовлетворительно, производят подсчет площадей или интенсивностей аналитических пиков БП (403 нм) и БПЛ (406 нм) с помощью программы спектрофлуориметра.

11. Вычисление результата измерений

11.1. Расчет массы БП в пробе

Массу БП в исходном экстракте (**m, мкг**) рассчитывают по формуле:

$$m = \frac{X \cdot V_{БПЛ} \cdot 0{,}50}{V_{р.п.с.}} \cdot \frac{V_{р.п.}}{V_a} \cdot V_э, \text{ где} \qquad (6)$$

X – соотношение масс БП и БПЛ в анализируемой (замороженной) смеси, найденное по градуировочной характеристике

$V_{БПЛ}$ – объем градуировочного раствора БПЛ в анализируемой смеси, см^3;

0,50 – массовая концентрация БПЛ в градуировочном растворе, мкг/см^3;

$V_{р.п.с.}$ – объем н-октанового раствора пробы в анализируемой смеси, см^3;

$V_{р.п.}$ – объем н-октанового раствора пробы, см^3;

V_a – объем аликвоты исходного экстракта, см^3;

$V_э$ – объем исходного экстракта, см^3;

11.2. Расчет массовой концентрации БП в воздухе (С, мг/м^3)

$$C = \frac{m}{V_{20}}, \text{ где} \qquad (7)$$

m – масса БП в пробе, мкг

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

12. Оформление результатов анализа

Результаты измерений представляют в виде:

$$C \pm \Delta \text{ мг/м}^3 \quad P = 0{,}95, \text{ где} \tag{8}$$

Δ – характеристика погрешности, мг/м^3

$$\Delta = C \times \delta \times 0{,}01 \tag{9}$$

δ – граница относительной погрешности измерений, равная 25 % при P = 0,95 (табл. 1)

В случае, если бенз(а)пирена в воздухе рабочей зоны ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация бенз(а)пирена в воздухе рабочей зоны менее 0,00005 мг/м^3 (более 0,1 мг/м^3)

13. Контроль погрешности

13.1. Периодический контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль проводят в соответствии с планом внутрилаборного контроля. Рекомендуемая первоначальная частота контроля один раз в 6 месяцев.

При проведении измерений по варианту I (метод внутреннего стандарта) для контроля стабильности используют 2—3 контрольные смеси, соответствующие градуировочным смесям из табл. 2. Для каждой смеси выполняют замеры как описано в п. 9.4.

Результаты контроля считают положительными при выполнении для каждой контрольной смеси раствора следующего условия:

$$\frac{|X_{гх} - X_к|}{X_к} \cdot 100 \le 15, \text{ где} \tag{10}$$

$X_К$ – соотношение масс БП и БПЛ в контрольной смеси (согласно табл. 2);

$X_{гх}$ – соотношение масс БП и БПЛ в контрольной смеси, найденное по градуировочной характеристике.

При превышении норматива измерения приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам,

устраняют их, затем повторяют контрольные измерения или устанавливают новую градуировочную характеристику.

13.2. Контроль повторяемости результатов измерений массы БП в экстракте пробы

Контроль проводят при внедрении (оценки пригодности) методики, а затем в соответствии с планом внутрилабораторного контроля. Рекомендуется проводить контроль после каждого **десятого анализа**.

Контроль проводится путём параллельного анализа одним оператором исходного экстракта со стадии взятия аликвоты для испарения или разбавления исходного экстракта.

Результат контроля признают удовлетворительным при выполнении условия (для P = 0,95):

$$\frac{2|m_1 - m_2|}{m_1 + m_2} \times 100 \le r_m, \text{ где} \qquad (11)$$

m_1 и m_2 – результаты измерений массы БП в экстракте пробы, мкг;

r_m – норматив контроля– предел повторяемости результатов измерений массы БП, %

По результатам аттестации методики принято: $r_m = 21\ \%$.

Если результат контроля признают неудовлетворительным, то выясняют причины (правильность использования мерной посуды, чистота растворителя, стабильность показаний прибора) и устраняют их.

Если и после этого условие (11) не выполняется, переходят к выполнению двух параллельных измерений массы БП *при каждом анализе* с проверкой приемлемости результатов параллельных измерений по выражению (11) с нормативом контроля $r_m = 30\ \%$. При положительных результатах такой проверки для последующего расчёта массовой концентрации БП в воздухе используют среднее значение массы БП.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 5-ти отобранных проб воздуха рабочей зоны потребуется 2 часа.

Вариант II. Измерение массовых концентраций БП методом добавок.

Условия применения метода добавок

Применение метода добавок для количественного определения БП в н-октановом растворе пробы возможно при соблюдении следующих условий:

а) зависимость между площадью аналитических пиков БП в спектре флуоресценции (S) и массовой концентрацией БП в н-октане *($C_{БП}$)* должна быть линейной, проходящей через начало координат, т. е. $S = k C_{БП}$;

б) добавка БП в н-октановый раствор пробы должна увеличивать его массовую концентрацию *в 1,5—2,5 раза*;

в) **интервал времени от погружения пробирки до начала записи спектра** (согласно описанию низкотемпературной приставки к прибору) должен быть одинаковым для раст-вора пробы и раствора пробы с добавкой БП.

15. Установление линейной зависимости между площадью аналитических пиков БП в спектре флуоресценции и массовой концентрацией БП в н-октане

15.1. Приготовление исходных и градуировочных растворов БП

Исходный раствор №1с массовой концентрацией БП **1,00 мкг/см^3** готовят по п. 9.3.1.

Исходный раствор № 2 с массовой концентрацией БП *0,0500 мкг/см^3* готовят разбавлением 5,0 см^3 исходного раствора (С=1,00 мкг/см^3) в 100 раз н-октаном в мерной колбе вместимостью 100 см^3

Градуировочный раствор с массовой концентрацией БП *0,0100 мкг/см^3* готовят разбавлением 1,0 см^3 исходного раствора № 1 в 100 раз н-октаном в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

15.2. Установление градуировочной характеристики

Градуировочные растворы БП в н-октане приготавливают согласно табл. 3, используя мерные пробирки с хорошо притертыми пробками вместимостью 10 см^3. Объемы градуировочного раствора БП в н-октане с концентрацией 0,0100 мкг/см^3 и н-октана отмеряют соответствующими по объему мерными пипетками

Таблица 3

Приготовление растворов БП для установления градуировочной характеристики

№ № градуировочных растворов	Объем градуировочного раствора БП с массовой конц. 0,0100 мкг/см^3, см^3	Объем н-октана, см^3	Массовая концентрация БП в градуировочном растворе, мкг/см^3
1	0,5	9,5	0,0005
2	1,0	9,0	0,0010
3	2,0	8,0	0,0020
4	4,0	6,0	0,0040
5	5,0	5,0	0,0050
6	8,0	2,0	0,0080
7	10,0	0	0,0100

Растворы БП №№ с 1 по 7 для установления ГХ сохраняются в пробирках с притертыми пробками в течение месяца при температуре ниже 10 °С в темном месте (в холодильнике).

Градуировочная характеристика выражает зависимость между суммарной площадью аналитических пиков БП (403 нм и 406 нм) и массовой концентрацией БП в растворе.

Градуировочную характеристику устанавливают при внедрении методики, после проведения ремонта прибора, а также в случае получения неудовлетворительного результата при контроле стабильности градуировочной характеристики, но не реже 1 раза в три месяца.

Для установления градуировочной характеристики проводят измерения аналитических сигналов для семи градуировочных растворов БП (табл. 3), приготавливая и замеряя каждый раствор не менее двух раз.

Условия записи спектров флуоресценции градуировочных растворов:

длина волны возбуждения – 388 нм,

диапазон спектра флуоресценции – от 395 до 420 нм,

скорость сканирования – 50—60 нм/мин (выбирается одно значение в указанном диапазоне)

щели возбуждения и эмиссии – по 2,5 нм,

напряжение на фотоумножителе – 700 или 750 В (выбирается одно значение, согласно рекомендациям Руководства по прибору)

число сканирований для получения усредненного спектра – 2.

В фирменную кювету вносят 0,1 см^3 градуировочного раствора, вставляют в низкотемпературную приставку спектрофлуориметра и производят запись спектра флуоресценции БП.

Наблюдают аналитические пики БП при 403 нм и 408 нм (неразделяемые). Проводят линию основания для этих двух пиков и подсчитывают их площадь над линией основания по программе прибора. Обычно эта линия основания проводится от одного перегиба при 398 нм до другого при 414 нм.

Значения площади аналитических пиков БП для i-того градуировочного раствора признают приемлемыми, если разность между наибольшим и наименьшим значениями не превышает установленный норматив приемлемости (для P=0,95):

$$\frac{S_{\text{гр}\,i,\,\max} - S_{\text{гр}\,i\,\min}}{S_{\text{гр}\,i}} \cdot 100 \le 20, \text{ где} \qquad (12)$$

$S_{гр\ i\ max}$, $S_{гр\ i\ min}$ – соответственно максимальное и минимальное значения площадей аналитических пиков БП для i-того градуировочного раствора, ед.счета

$S_{гр\ i}$ – среднеарифметическое значение площади аналитических пиков БП, ед.счета

Линейная зависимость считается установленной, если градуировочная характеристика выражается уравнением:

$$S = k\, C_{БП}, \text{ где} \qquad (13)$$

S – площадь аналитических пиков БП, ед. счёта (среднеарифметическое значение)

$C_{БП}$ – массовая концентрация БП в градуировочном растворе, мкг/см^3;

k – градуировочный коэффициент, $\frac{ед.\,счета}{мкг/см^3}$

Расчет коэффициента k проводят с использованием программы прибора или Excel.

Величина достоверности аппроксимации (R^2) при построении прямой должна быть не ниже 0,90. Градуировочную характеристику признают приемлемой, если знаки разностей ($S_i - k\, C_{БП\,i}$) чередуются и не превышает установленный норматив:

$$100 \times |S_i - k\, C_{БП\,i}| / k\, C_{БП\,I} \le 20, \text{ где} \qquad (14)$$

i – номер градуировочного раствора (i = 1, 2,…..n)

$C_{БП\ i}$ – массовая концентрация БП в i –том градуировочном растворе, мкг/см^3 .

16. Отбор проб воздуха

(п. 9.5.)

17. Выполнение измерения

17.1. Экстракция БП по 10.1.

17.2. Получение раствора пробы в н-октане по п.10.2.

17.3. Количественное определение БП методом добавок проводят, записывая спектр н-октанового раствора пробы и спектр этого раствора с добавкой БП, вводимой в виде соответствующего градуировочного раствора БП.

17.4. Расчет величины добавки БП

Записывают спектр н-октанового раствора пробы и определяют площадь аналитических пиков БП. По градуировочной характеристике определяют соответствующее этой площади значение массовой концентрации БП в н-октановом растворе пробы (в мкг/см^3):

$$C_{р.п.}* = S_{р.п.}/k, \qquad (15)$$

$C_{р.п.}$* – ориентировочное значение массовой концентрации БП в н-октановом растворе пробы, с помощью которого рассчитывают величину добавки.

Подбирают размер добавки, при которой массовая концентрация БП в н-октановом растворе пробы с добавкой ($C_{р.п.+доб.}$) в 1,5—2,5 раза превышает $C_{р.п.}$*. Отбирают 1 см^3

н-октанового раствора пробы в пробирку с притёртой пробкой или бюкс вместимостью 5 см^3

При подборе величины добавки БП руководствуются выражением:

$$C_{р.п.+доб} = \frac{(C^*_{р.п.} \cdot V_{р.п.} + V_{гр})}{V_{р.п.} + V_{гр}}, \text{ где} \qquad (16)$$

$V_{р.п.}$ – объём н-октанового раствора пробы, смешиваемый с градуировочным раствором БП, см^3 ($V_{р.п.}$ = 1 см^3).

$C_{гр}$ – массовая концентрация БП в выбранном градуировочном растворе, мкг/см^3.

$V_{гр}$ – объем градуировочного раствора БП, см^3.

Примечание. При $C_{р.п.+доб}$=1,5 $C^*_{р.п.}$ для вычисления $V_{гр}$ может быть использована формула, выведенная из формулы (16):

$$V_{\text{гр}} = \frac{0{,}5C^{*}_{\text{р.п.}}}{(C_{\text{гр}} - 1{,}5\,C^{*}_{р.п.})} \qquad (17)$$

Концентрация градуировочного раствора, используемого для добавки выше $1{,}5\,C^{*}_{р.п.}$ и обычно равна 0,050—0,010 мкг/см^3. Объем добавки к 1 см^3 раствора пробы составляет от 0,1 до 0,5 см^3, измеряют его соответствующим дозатором. Аликвоту пробы и добавку градуировочного раствора БП тщательно перемешивают, в кювету помещают 0,1 см^3 раствор пробы.

Записывают спектр БП и определяют площадь аналитических пиков БП как описано в п.15.2. (она не должна выходить за пределы ГХ).

18. Вычисление результата измерений

Массовую концентрацию БП в октановом растворе пробы ($C_{\text{р.п.}}$, мкг/см^3) вычисляют по формуле:.

$$C_{\text{р.п.}} = C_{\text{р.п.+доб}} \times S_{\text{р.п.}}/S_{\text{р.п.+ доб}} = C_{\text{р.п.+доб}}/Z, \text{ где} \qquad (18)$$

$C_{р.п.+доб}$ – массовая концентрация БП в н-октановом растворе пробы с добавкой, мкг/см^3

$S_{р.п.}$ – площадь аналитических пиков БП в спектре н-октанового раствора пробы, ед.сч.

$S_{\text{р.п.+доб}}$ – площадь аналитических пиков БП в спектре н-октанового раствора пробы с добавкой; ед.сч.

Z – соотношение площадей аналитических пиков БП в спектрах н-октанового раствора пробы с добавкой и н-октанового раствора пробы ($S_{\text{р.п.+ доб}}/S_{\text{р.п.}}$).

Рассчитывают отношение:

$$Z = S_{\text{р.п.+ доб}} / S_{\text{р.п.}} \qquad (19)$$

Преобразовывают формулу (18), подставляя в неё известные значения:

$$C_{\text{р.п.}} = \frac{C_{\text{гр}} \cdot V_{\text{гр}}}{Z \cdot (V_{\text{р.п.}} + V_{\text{гр}}) - V_{\text{р.п.}}}$$

Содержание БП в пробе (m, мкг) рассчитывают по формуле:

$$m = C_{Р.П.} \times \frac{V_{Р.П.}}{V_a} \times V_{Э}, \text{ где}$$

$V_{р.п.}$ – объем н-октанового раствора пробы, см^3

$V_а$ – объем аликвоты исходного экстракта, взятой на анализ, см^3

$V_Э$ – объем исходного экстракта, см^3.

Массовую концентрацию БП в воздухе (**С, мг/м^3**) рассчитывают по п. 11.2.

19. Оформление результатов анализа

См. п. 12

20. Контроль погрешности

20.1. Периодический контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль проводят в соответствии с планом внутрилаборного контроля. Рекомендуемая первоначальная частота контроля один раз в 6 месяцев.

При проведении измерений по варианту II для контроля стабильности используют 2 градуировочных раствора из табл. 3. Для каждого раствора выполняют замеры как описано в п. 15.2.

Результаты контроля считают положительными при выполнении для каждого измерения следующего условия:

$$\frac{|(S_к / k) - C_{кр}|}{C_{кр}} \cdot 100 \le 30 \text{ , где} \qquad (21)$$

$S_к$ – площадь аналитических пиков БП, ед.сч. ;

$C_{кр}$ – массовая концентрация БП в градуировочном растворе, мкг/см^3.

При превышении норматива измерения приостанавливают, выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их, затем повторяют контрольные измерения или устанавливают новую градуировочную характеристику.

20.2. Контроль повторяемости результатов измерений массы БП в экстракте пробы

См. п. 13.2.

21. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 5-ти отобранных проб воздуха рабочей зоны потребуется 3 часа.

Вариант III

Для выделения фракции БП применяют тонкослойную хроматографию в незакрепленном слое оксида алюминия или специальные патроны Диапак.

22. Хроматографическое разделение веществ экстракта пробы методом тонкослойной хроматографии в незакрепленном слое оксида алюминия 2-ой степени активности по Брокману

Стеклянную пластинку (9 на 12 см), предварительно обработанную н-гексаном, устанавливают на специальную подставку, насыпают оксид алюминия фракции с размерами частиц 0,05—0,08 мм. С помощью металлического валика адсорбент равномерно раскатывают по пластинке до получения слоя толщиной 0,5—1,0 мм.

Исходный экстракт пробы в объеме 0,25—0,50 $см^3$ количественно наносится на пластинку в виде узкой стартовой линии на расстоянии 15 мм от края. Чтобы избежать большого расширения стартовой полосы повторные нанесения делают только после полного улетучивания растворителя из предыдущего нанесения. Для выравнивания стартовой линии после полного нанесения экстракта пластину 2—3 раза помещают на несколько секунд в хроматографическую камеру с диэтиловым эфиром или подвижной фазой, дожидаясь каждый раз, пока фронт растворителя продвинется до верхнего края стартовой полосы, после каждого раза пластину подсушивают на воздухе до полного улетучивания растворителя. На расстоянии не менее 15 мм от полосы справа наносят в качестве свидетеля каплю раствора БП с концентрацией 0,05 $мкг/см^3$.

Пластинку помещают под углом в 30 град. в герметически закрытую камеру, в которую заранее заливают подвижную фазу. Пластинку в камере устанавливают так, чтобы жидкость на 5 мм не доходила до линии старта. В качестве подвижной фазы используется: гексан - бензол (10 : 1),.

Подвижная фаза пропускается через пластинку трижды: на 1/3 пластинки, на 2/3 пластинки, на всю пластику. Перед каждым последующим прохождением подвижной фазы пластинку подсушивают в тяге. После окончания фракционирования пластину освещают ультрафиолетовым светом и иглой разделяют на зоны, отличающиеся по цвету флуоресценции. Зона БП определяется по свидетелю. Обычно БП содержится в одной зоне, но следует проверить его содержание и в рядом расположенных зонах.

Оксид алюминия анализируемых зон снимают тонкой металлической лопаточкой в стеклянные колонки с расширенной верхней частью и с тампоном из чистой ваты в нижней части или в воронке с пористым фильтром, вставленные в пробирки. Элюирование БП с сорбента проводят диэтиловым эфиром. Контролем для прекращения элюирования является отсутствие флуоресценции у вытекающего растворителя под действием УФ света. Пробирки помещают в водяную баню с температурой не выше 50 °С и испаряют диэтиловый эфир, добавляя 1 $см^3$ октана, чтобы БП оставался всегда в растворителе. После испарения эфира добавляют еще 1 $см^3$ октана.

23. Выделение фракции БП с помощью специальных патронов Диапак проводится согласно прилагаемой к ним инструкции

24. Количественное определение БП в полученных фракциях проводят по вариантам I или II

(см. выше)

25. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 5-ти отобранных проб воздуха рабочей зоны потребуется 6 часов.

Методические указания разработаны:

Екатеринбургский медицинский научный центр профилактики и охраны здоровья рабочих промпредприятий. г. Екатеринбург, Т. В. Слышкина ОАО «Всероссийский алюминиево-магниевый институт», сектор санитарно-промышленного и экологического контроля, ООО «Л и И», лаборатория «САНЭК» Г. И. Ильинская, В. Н. Белохвостова

gost.e-ecolog.ru