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 4.1.2692—4.1.2700—10

Выпуск 52

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны. Вып. 52: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—112 с.

1. Методические указания подготовлены коллективом авторов Научно-исследовательского института медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Н. С. Горячев, Е. М. Малинина, Е .Н. Грицун, Н. М. Данилова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 10 июня 2010 г. № 1).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 2 августа 2010 г.

4. Введены в действие с 1 октября 2010 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 12.01.11

Формат 60x88/16 Печ. л. 7,5

Тираж 200 экз. Заказ 3

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

© Роспотребнадзор, 2011
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011

Содержание

Введение 4
Измерение массовых концентрации 3-[3-(4-бром-1,1-бифенил-4-ил)3-гидрокси-1-фенилпропил]--4-гидрокси-2Н-1-бензопиран-2-он (бромадиолон) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2692—10 5
Измерение массовых концентраций 3-[3-(4-бром-1,1-бифенил-4-ил)-1,2,3,4-тетрагидро-1-нафтал енил]--4-гидрокси-2Н-1-бензопиран-2-он (бродифакум) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2693—10 17
Измерение массовых концентраций 2,3-дидегидро-3-деокситимидина (ставудин) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2694—10 28
Катализатора изомеризации лёгких бензиновых фракций СИ-2 (по диоксиду циркония) в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом: МУК 4.1.2695—10 40
Измерение массовых концентрации пиретрума натурального очищенного концентрата (пиретрум) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2696—10 53
Измерение массовых концентраций 1,3,5,7-тетраазатрицикло-[3.3.1.1]декана (гексаметилентетрамина, уротропина) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2697—10 68
Измерение массовых концентраций 1,3-тиазол-5-илметил N-[(2S,3S,5S)-3-гидрокси-5[[(2R)-3-метил-2[[метил-[(2-пропан-2-ил-1,3-тиазол-4-ил)метил]карбамоил]амино] бутаноил]амино]-1,6-дифенилгексан-2-ил]карбамата (ритонавир) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2698—10 79
Измерение массовых концентраций 1-этоксипропан-2-ола (ЭП, этилпрокситол) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2699—10 89
Измерение массовых концентраций эндо-(±)-α-(гидроксиметил)бензолуксуснойкислоты8-метил-8-забицикло[3.2.1] окт-3-илового эфира, сульфата (2 : 1) (атропина сульфат) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2700—10 100
Приложение 1. Приведение объёма воздуха к стандартным условиям 112
Приложение 2. Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям 112
Приложение 3. Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ 113
Приложение 4. Вещества, определяемые по ранее утверждённым «Методическим указаниям по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» 112

Введение

Сборник Методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 52) 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», ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений» с изм. №1 и № 2, ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «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 «ФГУЗ ЦГ и Э», 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
2 августа 2010 г.
Дата введения: 1 октября 2010 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентрации пиретрума натурального очищенного концентрата (пиретрум) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом

Методические указания
МУК 4.1.2696—10

1. Общие положения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем пиретрума спектрофотометрическим методом в диапазоне массовых концентраций 1,0—10,0 мг/м^3. Погрешность измерений соответствует характеристикам, приведенным в табл. 1.

Методика аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563—96 (с изм. № 1 и № 2), ГОСТ Р ИСО 5725—2002. Свидетельство о метрологической аттестации МВИ № 118-08. Выдано ФГУП Всероссийским научно-исследовательским институтом метрологической службы Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии.

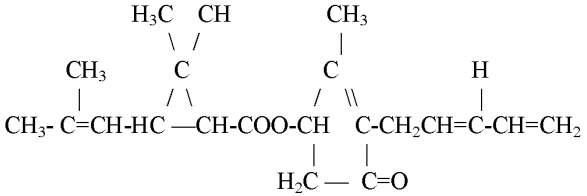
2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула

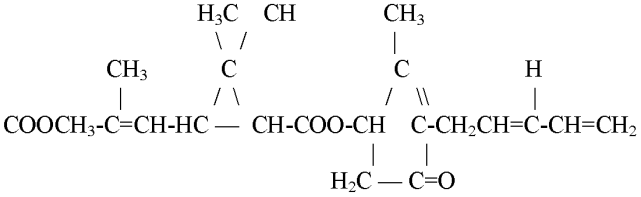
Пиретрум натуральный очищенный концентрат является природным продуктом, получаемым из цветков хризантемы, который эффективно используется в качестве инсектицида. Эффективность пиретрума обусловлена содержанием в нем шести сложных эфиров, главным образом, пиретрина 1 и пиретрина 11, а также цинерина 1 и цинерина 11, жасмолина 1 и жасмолина 11.

Структурные формулы сложных эфиров, входящих в состав пиретрума:

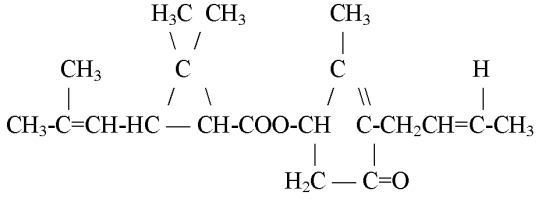
Пиретрин 1



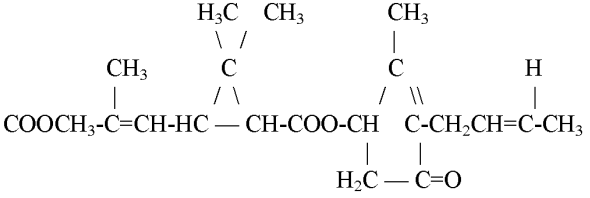
Пиретрин II



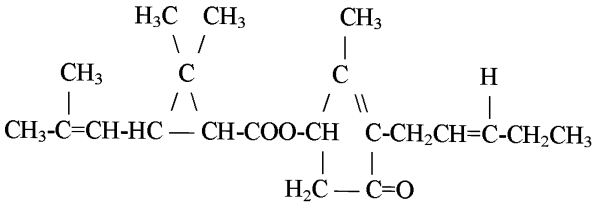
Цинерин 1



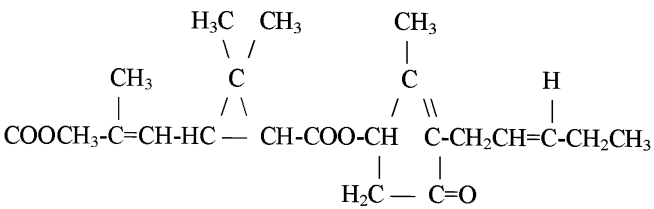
Цинерин II



Жасмолин 1



Жасмолин 11



2.2. Эмпирические формулы, регистрационные номера CAS и молекулярные массы сложных эфиров, входящих в состав пиретрума, представлены в табл. 1.

Таблица 1

Сложные эфиры пиретрума

Название эфира	Эмпирическая формула	Регистрационный номер CAS	Молекулярная масса
Пиретрин1	$C_{21}H_{28}O_3$	121-21-1	328,4
Цинерин 1	$C_{20}H_{28}O_3$	25402-06-6	316,4
Жасмолин 1	$C_{21}H_{30}O_3$	4466-14-2	330,4
Пиретрин 11	$C_{22}H_{28}O_5$	121-29-9	372,4
Цинерин 11	$C_{21}H_{28}O_5$	121-20-0	360,4
Жасмолин 11	$C_{22}H_{30}O_5$	1172-63-0	374,4

2.3. Регистрационный номер CAS пиретрума 8003-34-7

2.4. Физико-химические свойства

Пиретрум – желтая жидкость, с ароматом хризантемы, плотность 0,917 г/см^3, температура кипения 210 °С, нерастворим в воде, хорошо

растворим в большинстве органических растворителей: изопропаноле, гексане, петролейном эфире, керосине, нитроэтане, ацетоне и др., хорошо растворим в растительных маслах.

Агрегатное состояние в воздухе – пары+ аэрозоль.

2.5. Токсикологическая характеристика

Пиретрум обладает общетоксическим действием.

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

3. Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значение погрешности измерений (и ее составляющих) не превышает значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Характеристика погрешности методики выполнения измерений

Диапазон измерений массовой концентрации пиретрума, 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 1,0 до 10 вкл.	20	6	9	17	28

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации пиретрума выполняют методом спектрофотометрии.

Метод основан на измерении светопоглощения растворов пиретрума в гексане в ультрафиолетовой области спектра.

Измерение проводят при длине волны 260 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр АФА-ХА-20 и в «кипящий слой» силикагеля.

Нижний предел измерений содержания пиретрума в анализируемом объеме пробы – 10 мкг.

Нижний предел измерений массовой концентрации пиретрума в воздухе 1,0 мг/м^3 (при отборе 10 дм^3 воздуха).

Метод специфичен, поскольку пиретрум используется как самостоятельная препаративная форма, без включения дополнительных компонентов.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

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

5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Спектрофотометр марки СФ-26, предел допускаемого значения абсолютной погрешности (±1) %, рабочий диапазон длин волн (190-1100) нм	ГОСТ 15150—79
Аспирационное устройство ПУ 4Э ЗАО «Химко» № 14531-03 а	Государственном реестре средств измерений
Весы лабораторные общего назначения модели ВЛР-200 с наибольшим пределом взвешивания 200 г	ГОСТ 24104—2001 Госреестр № 19874—02
Меры массы (гири, набор) (1-100г)	ГОСТ 7328—2001
Колбы мерные, 2-25-2; 2-100-2; 2-500-2	ГОСТ 1770—74
Пипетки 1-1-2-1, 5	ГОСТ 29227—91
Пробирки с притертыми пробками, П-2-10-14/23 ХС	ГОСТ 25336—82
Микрошприц фирмы «Hamilton», вместимостью 50мм^3	
Кюветы кварцевые с толщиной оптического слоя 10 мм	
Фильтродержатель,	ТУ 95-72-05—77
Фильтры АФА-ХА-20	ТУ 95-1892—89
Стаканчик СВ 19/9 (бюкс)	ГОСТ 25336—82
Стеклянные палочки	ГОСТ 25336—82
Пинцет медицинский,	ГОСТ 21241—77
Муфельная печь, МП-2УМ	
Ультразвуковая баня, фирма «Elma», модель LC-20/H	

Поглотительные приборы Яворовской	ГОСТ 6755—82
Ступка фарфоровая с пестиком	ГОСТ 9148—80
Сушильный шкаф	ГОСТ 13474—79
Воронки химические	ГОСТ 25336—82
Набор сит «Физприбор»	

5.2. Реактивы

Пиретрум (50 % раствор в кукурузном масле), содержание основного вещества 50,35 %, CAS 8003-34-7, MeLAUGHLIN GORMLEY KING COMPEN Y U.S.A.	
Силикагель марки АСМ с размером зерен 1 мм	ГОСТ 3956—76
Азотная кислота, концентрированная, квалификации хч	ГОСТ 4461—77
Нитрат серебра, квалификации хч	ГОСТ 1277—75
Вода дистиллированная	ГОСТ 7609—72
Гексан, квалификации хч	ТУ 6-09-3375—78

Примечание. Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже приведенных в разделе 5.

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

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

6.3. При выполнении измерений с использованием спектрофотометра соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 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 2.2.51313—03 и ГН 2.2.5.2308—07.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке полученных результатов допускают специалистов, имеющих высшее или специальное химическое

образование, освоивших метод анализа в процессе тренировки и уложившихся в нормативы контроля.

8. Условия выполнения 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. Измерения на спектрофотометре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовку посуды, приготовление растворов, подготовку спектрофотометра, градуировку спектрофотометра, отбор проб.

9.1. Подготовка посуды

Стеклянную посуду ополаскивают ацетоном для удаления органических примесей, несколько раз промывают водопроводной водой, заливают хромовой смесью и выдерживают 1 час. После этого посуду извлекают из хромовой смеси, ополаскивают несколько раз водопроводной водой, затем дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу. Чистую посуду хранят в закрытом виде.

9.2. Приготовление растворов

9.2.1. Основной стандартный раствор пиретрума

Основной стандартный раствор пиретрума готовят следующим образом: во взвешенную мерную колбу вместимостью 25 см^3 с 5 см^3 гексана добавляют 3—4 капли пиретрума и снова взвешивают, результаты регистрируют. Объем в колбе доводят до метки гексаном. По разности двух взвешиваний вычисляют навеску вещества и рассчитывают массовую концентрацию полученного раствора X, мг/см^3, по формуле (1):

$$X = \frac{m \cdot 10^3 \cdot K}{V}, \text{ где} \qquad (1)$$

m – навеска пиретрума, г;

10^3 – коэффициент пересчета в мг;

V – вместимость мерной колбы, см^3;

K – массовая доля основного вещества в растворе пиретрума.

Раствор устойчив в течение недели.

9.2.2. Рабочий стандартный раствор пиретрума № 1.

Рабочий стандартный раствор № 1 с массовой концентрацией пиретрума 10 мг/см^3 (C_1) готовят разбавлением основного стандартного раствора гексаном в мерной колбе вместимостью 25 см^3. Объём основного стандартного раствора (V, см^3), необходимый для приготовления рабочего стандартного раствора №1, рассчитывают по формуле (2):

$$V = \frac{C_1 \cdot V_к}{X}, \text{ где} \qquad (2)$$

X – массовая концентрация пиретрума в основном стандартном растворе, мг/см^3;

$V_к$ – объем мерной колбы, $V_к$ = 25 см^3;

C_1 – рабочий стандартный раствор № 1 с массовой концентрацией пиретрума 10 мг/см^3.

Раствор устойчив в течение недели.

9.2.3. Рабочие стандартные растворы пиретрума № 2, 3, 4, 5, 6 и 7 с массовой концентрацией 0,5; 1,0; 1,5; 2,5; 3,5 и 5,0 мг/см^3 готовят разбавлением 1,25; 2,5; 3,75; 6,25; 8,75 и 12,5 см^3 рабочего стандартного раствора № 1 гексаном в мерных колбах вместимостью 25 см^3 .

Растворы устойчивы в течение недели.

При приготовлении рабочих стандартных растворов для добавления гексана и для добавления рабочего стандартного раствора № 1 используют пипетку вместимостью 5,0 см^3.

9.2.4. Приготовление силикагеля

Крупнозернистый силикагель измельчают в фарфоровой ступке, сеют на сите, отбирают нужную фракцию. Далее силикагель очищают: кипятят с азотной кислотой разбавленной 1 :2 (по объёму) в течение 1—1,5 часов, промывают горячей дистиллированной водой сначала в стакане декантацией, а затем в воронке до отрицательной реакции на ион хлора (проба с нитратом серебра).

Отмытый силикагель просушивают в сушильном шкафу и активируют в муфельной печи при температуре (300—400) °С в течение 2-х часов. Силикагель хранят в склянке с пришлифованной крышкой.

9.2.5. 1 %-ный раствор нитрата серебра готовят следующим образом: 0,25 г нитрата серебра растворяют в 24,75 см^{3}дистиллированной воды.

Срок хранения раствора 2 недели.

9.2.6. Раствор азотной кислоты 1 : 2 (по объёму) готовят следующим образом: к 60 $см^3$ дистиллированной воды осторожно добавляют 30 $см^3$ концентрированной азотной кислоты в колбе вместимостью 100 $см^3$

9.3. Подготовка спектрофотометра

Подготовку спектрофотометра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.4. Установление градуировочных характеристик

9.4.1. Установление градуировочной характеристики для определения содержания пиретрума при отборе проб в «кипящий слой».

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности растворов от массы пиретрума, устанавливают по 6 сериям растворов из 5 параллельных определений для каждой серии согласно таблице 3 следующим образом: в пробирки помещают по 2 г силикагеля. Затем на силикагель наносят с помощью микрошприца по 20 $мм^3$ градуировочных растворов с массовой концентрацией 5,0 $мг/см^3$, 3,5 $мг/см^3$, 2,5 $мг/см^3$, 1,5 $мг/см^3$, 1,0 $мг/см^3$ и 0,5 $мг/см^3$, что соответствует 100 мкг, 70 мкг, 50 мкг, 30 мкг, 20 мкг и 10 мкг, пиретрума. Силикагель перемешивают и подсушивают при комнатной температуре в течение 10 минут. Затем силикагель заливают 5,0 $см^3$ гексана и помещают в ультразвуковую баню на 15 минут (для лучшей десорбции вещества с силикагеля). Раствор сливают в пробирку, доводят объём до 5,0 $см^3$ гексаном (табл. 3) и измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм и длине волны 260 нм по отношению к раствору сравнения (раствор № 1), который готовят одновременно с градуировочными растворами, используя чистый силикагель.

При приготовлении градуировочных растворов для добавления гексана используют пипетку вместимостью 5,0 $см^3$, а для добавления рабочих стандартных растворов пиретрума № 2, 3, 4, 5, 6 и 7 микрошприц фирмы «Hamilton», вместимостью 0,05 $см^3$.

Таблица 3

Растворы для установления градуировочной характеристика при определении пиретрума с отбором проб в «кипящий слой»

№ градуировочного раствора	Силикагель, г	Объём и номер рабочих стандартных растворов пиретрума, мм^3	Объём гексана, см^3	Содержание пиретрума в градуировочном растворе, мкг
1	2,0	0	5,0	0
2	2,0	20мм^3, раствор №2	5,0	10
3	2,0	20мм^3, раствор №3	5,0	20
4	2,0	20мм^3, раствор №4	5,0	30
5	2,0	20мм^3, раствор №5	5,0	50
6	2,0	20мм^3, раствор №6	5,0	70
7	2,0	20мм^3, раствор №1	5,0	100

Градуировочные растворы устойчивы в течение 6 часов.

Строят градуировочную характеристику: на ось ординат наносят значения оптической плотности растворов, на ось абсцисс – соответствующие им величины содержания вещества в градуировочном растворе (мкг)

9.4.2. Установление градуировочной характеристики для определения содержания пиретрума при отборе проб на фильтр АФА-ХА-20

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности растворов от массы пиретрума, устанавливают по 6 сериям растворов из 5 параллельных определений для каждой серии согласно таблице 4 следующим образом: на фильтры АФА-ХА-20, помещенные в стаканчики, наносят с помощью микрошприца по 20 мм^3 градуировочных растворов с массовой концентрацией 5,0 мг/см^3, 3,5 мг/см^3, 2,5 мг/см^3, 1,5 мг/см^3, 1,0 мг/см^3 и 0,5 мг/см^3 , что соответствует 100 мкг, 70 мкг, 50 мкг, 30 мкг, 20 мкг и 10 мкг пиретрума. После чего фильтры подсушивают при комнатной температуре в течение 10 минут, затем заливают по 5,0 см^3 гексана и оставляют на 15 минут периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр отжимают, раствор сливают в пробирку, объем доводят до 5,0 см^3 гексаном, а фильтр повторно заливают 5,0 см^3 гексана и оставляют на 15 минут периодически помешивая стеклянной

палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр отжимают, раствор сливают в другую пробирку, объём доводят до 5,0 $см^3$ гексаном.

Полученные растворы анализируют отдельно. Оптическую плотность полученных растворов анализируют в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм при длине волны 260 нм по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно с градуировочными растворами, используя чистый фильтр.

Таблица 4

Растворы для установления градуировочной харктеристики при определении пиретрума с отбором проб на фильтры АФА-ХА-20

№ градуировочного раствора	Объём и номер рабочих стандартных растворов пиретрума, $мм^3$	Объём гексана, $см^3$	Содержание пиретрума в градуировочном растворе, мкг
1	0	5,0	0
2	20 $мм^3$, раствор № 2	5,0	10
3	20 $мм^3$, раствор № 3	5,0	20
4	20 $мм^3$, раствор № 4	5,0	30
5	20 $мм^3$, раствор № 5	5,0	50
6	20 $мм^3$, раствор № 6	5,0	70
7	20 $мм^3$, раствор № 1	5,0	100

Градуировочные растворы устойчивы в течение 6 часов.

Строят градуировочную характеристику: на ось ординат наносят значения оптической плотности растворов, на ось абсцисс – соответствующие им величины содержания вещества в градуировочном растворе (мкг).

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. Один раз в год градуировочную характеристику устанавливают заново.

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

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для каждого контрольного образца выполняется условие (3)

$$\frac{\left|D_{изм} - D_{гр}\right| \cdot 100}{D_{гр}} \leq K_{гр}, \text{ где} \qquad (3)$$

$D_{изм}$, $D_{гр}$ – значение оптической плотности образца 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. 2).

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

Если градуировка не стабильна, выясняют причины нестабильности и повторяют контроль стабильности с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики её устанавливают заново.

9.6. Отбор пробы воздуха

Отбор проб проводят с учётом требований ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и Руководства Р 2.2.2006—05 (прилож. 9, обязательное) «Общие методические требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны», пункт 2 контроль соответствия максимальным ПДК.

Воздух с объёмным расходом 2 дм^3/мин аспирируют через последовательно соединенные фильтр АФА-ХА-20, помещенный в фильтродержатель и поглотительный прибор Яворовской, заполненный 2 г силикагеля.

Для измерения $^1/_2$ ОБУВ пиретрума необходимо отобрать 10 дм^3 воздуха. Отобранные пробы могут храниться в бюксах в течение недели.

10. Выполнение измерений

После отбора пробы фильтр с помощью пинцета переносят в бюкс и заливают 5,0 см^3 гексана. Оставляют на 10—15 минут, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр отжимают, раствор сливают в пробирку, объем доводят до 5,0 см^3 гексаном, а фильтр повторно заливают 5,0 см^3 гексана, оставляют на 10—15 минут, периодически помешивая стеклянной палочкой

для лучшего растворения вещества. Затем фильтр отжимают, раствор сливают в другую пробирку, объём доводят до 5,0 см^3 гексаном. Полученные растворы анализируют отдельно. Оптическую плотность полученных растворов измеряют аналогично градуировочным растворам по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно с анализируемой пробой, используя чистый фильтр.

Количественное определение содержаниея пиретрума (в мкг) в анализируемом объёме раствора пробы проводят по предварительно построенной градуировочной характеристике.

После отбора пробы силикагель из поглотительного прибора переносят в пробирку и заливают 5,0 см^3 гексана. Помещают в ультразвуковую баню на 15 минут (для лучшей десорбции вещества с силикагеля). Раствор сливают в пробирку, доводят объём до 5,0 см^3 гексаном (табл. 3) и измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм при длине волны 260 нм по отношению к раствору сравнения (раствор № 1), который готовят одновременно с градуировочными растворами, используя чистый силикагель.

11. Вычисление результатов измерений

11.1. Массовую концентрацию пиретрума в воздухе рабочей зоны С, мг/м^3, вычисляют по формуле (4)

$$C = \frac{(a + a_1 + a_2)}{V_{20}}, \text{ где} \qquad (4)$$

a – содержание пиретрума в анализируемом объеме раствора пробы (в первом смыве с фильтра), найденное по градуировочной характеристики, мкг;

a_1 – содержание пиретрума в анализируемом объеме раствора пробы (во втором смыве с фильтра), найденное по градуировочной характеристики, мкг;

a_2 – содержание пиретрума в анализируемом объеме раствора пробы (в смыве с силикагеля), найденное по градуировочной характеристики, мкг;

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

11.2. За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (5)

$$\frac{2\cdot|C_1-C_2|\cdot 100}{(C_1+C_2)}\le r \text{ , где} \qquad (5)$$

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

r – значение предела повторяемости, % (табл. 2).

Если условие (5) не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

12. Оформление результатов измерения

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\overline{C}\pm 0{,}01\cdot\delta\cdot\overline{C}\text{ , при P = 0,95, где} \qquad (6)$$

$\overline{C}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по 11.2, мг/м^3;

± δ – границы относительной погрешности измерений, % (табл. 2).

В случае, если полученный результат измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация пиретрума менее 1 мг/м^3 (более 10 мг/м^3)».

13. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

13.1. 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).

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

13.3. Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле (7)

$$\frac{2 \cdot \left| C_{ср1} - C_{ср2} \right| \cdot 100}{(C_{ср1} + C_{ср2})} \leq CD_{0,95}, \text{ где} \qquad (7)$$

$C_{ср1}$, $C_{ср2}$ – средние значения массовой концентрации, полученные в первой и второй лабораториях, мг/м^3;

$CD_{0,95}$ – значение критической разности, % (табл. 2).

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 (5.3.3).

При разногласиях руководствуются ГОСТ Р ИСО 5725 – 6 (5.3.4).

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

Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

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.

15. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб (без учёта отбора проб) требуется 2 часа.

Методические указания разработаны: ГУ НИИ медицины труда РАМН (Грицун Е. Н.).

Приложение 1

Приведение объёма воздуха к стандартным условиям

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

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

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

Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

	Давление Р, кПа/мм рт. ст.									
t °С	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

	стр.
Атропин сульфат	99
Бродифакум	17
Бромадиолон	5
Гексаметилентетрамин	67
Диоксид циркония	40
Пиретрум	52
Ритонавир	78
Ставудин	28
Уротропин	67
ЭП	88
Этилпрокситол	88

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утверждённым «Методическим указаниям по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны»

Название вещества	Ссылка на опубликованные методические указания
1. Препарат «Кормофит»	Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций фитолиазы в воздухе рабочей зоны МУК 4.1.1640—03, дата ут. 29 июня 2003 г., вып. 42, М., 2006, стр. 212
2. Фирменный препарат «Конзим»	Фотометрическое измерение массовых концентраций эндо-1,3в-ксиланазы (ксиланазы) в воздухе рабочей зоны МУК 4.1.1642—03, дата утв. 29 июня 2003 г., вып. 42, М., 2006, стр. 231
3. Препарат «Имудон»	Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций α-4-О-4-0-α-D-галактопиранозил-α-D-глюкозы моногидрата (лактоза моногидрат, лактоза, молочный сахар) в воздухе рабочей зоны МУК 4.1.1687—03, дата утв. 29 июня 2003 г., вып. 44, М., 2007, стр. 81

gost.e-ecolog.ru