Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний МУК 4.1.1644—4.1.1671—03

Выпуск 43

Издание официальное

Москва • 2007

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 4.1.1644—4.1.1671—03

Выпуск 43

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2007.—244 с.—Вып. 43.

ISBN 5—7508—0633—2

1. Методические указания подготовлены творческим коллективом специалистов Научно-исследовательского института медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьева, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Г. Ф. Громова) при участии А. И. Кучеренко (Департамент госсанэпиднадзора Минздрава России).

2. Разработаны сотрудниками Государственного унитарного предприятия «Всероссийский научный центр по безопасности биологически активных веществ» (ГУП ВНЦ БАВ).

3. Рекомендованы к утверждению на совместном заседании группы Главного эксперта Комиссии по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию по проблеме «Лабораторно-инструментальное дело и метрологическое обеспечение» и методбюро п/секции «Промышленно-санитарная химия» Проблемной комиссии «Научные основы гигиены труда и профпатологии».

4. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Министерстве здравоохранения Российской Федерации.

5. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации 29.06.03.

6. Введены впервые.

ББК 51.21

Редакторы Н. Е. Акопова, Н. В. Кожока, Л. С. Кучурова
Верстка А. А. Григорьев
Технические редакторы Г. И. Климова, Е. В. Ломанова

Подписано в печать 29.12.06

Формат 60x88/16 Печ. л. 15,25

Тираж 500 экз. Заказ 2
(1-й завод 1—300 экз.)

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей
и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати издательским отделом и
тиражирован отделом информационно-технического обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2007
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2007

Содержание

Введение 6

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N-(2-амино-2-оксоэтил)ацетамида (аглиам) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1644—03 7

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 3-(2-аминоэтил)-1Н-индол-5-ола гександиоата (1 : 1) (серотонина адипинат – 5-окситриптамина адипинат) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1645—03 15

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты (5-бензилокситриптамин-2-карбоновая кислота) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1646—03 23

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N-ацетиламиноэтановой кислоты (N-ацетилглицин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1647—03 32

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2-(10-гидроксидецил)-5,6-диметокси-3-метил-2,5-циклогександиен-1,4-диона (идебенон) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1648—03 40

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-О-α-D-глюкопиранозил-D-глюкозы моногидрата (Д-мальтоза моногидрат; солодовый сахар) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1649—03 48

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2-О-β-D-глюкопирануронозил-(3β,20β)-20-карбокси-11-оксо-30-норолеан-12-ен-3-ил-α-D-глюкопиранозиуроната тринатрия (глицирризинат натрия, глицират) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1650—03 56

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 3-[[6-О-(6-деокси-α-L-маннопиранозил)-β-D-глюкопиранозил]окси]-2-(3,4-дигидроксифенил)-5,7-дигидрокси-4Н-1-бензопиран-4-она (рутин, рутозид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1651—03 64

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N-[4-[[(2,4-диамино-6-птеридинил)метил] метиламино] бензоил]-L-глютаминовой кислоты (метотрексат) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1652—03 72

Измерение массовых концентраций (3β, 5β, 12β)-3-[(О-2,6-дидеокси-β-D-рибо-гексопиранозил-(1→4)-О-2,6-дидеокси-β-D-рибо-гексопиранозил-(1→4)-О-2,6-дидеокси-β-D-рибо-гексопиранозил)окси-]-12,14-дигидрокси-кард-20 (22)-енолида (дигоксин) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1653—03 81

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 3-[(N,N-диметилбензолметанаминий)-N-этилкарбамид]-6-[(гидроксимино)-метил]-1-метил-пиридиний дийодида («1-метил-5-(2-диметилбензил-аммоний)этил) карбомоилпиридиний- 2-альдоксим», «дийодид») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1654—03 91

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 3-[(N, N-диметилбензол-метанаминий)-N-этилкарбамид]-6-[(гидрокси-мино)метил]-1-метилпиридиний дихлорида (карбоксим) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1655—03 99

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N,N-диэтил-5,5-дифенил-2-пентиниламина гидрохлорида (педифен) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1656—03 107

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2-метил-6-метокси-4-хлор-5-[N-(4,5-дигидро-1Н-имидазол-2-ил)]-пиримидинамина (моксонидин, физиотенз, цинт) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1657—03..... 115

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1-нитро-4-(фенилметокси)-бензола (бензиловый эфир п-нитрофенола) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1658—03 123

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-(1-пиперидил)-1-фенил-1-циклопентилбут-2-ин-1-ола гидрохлорида (пентифин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1659—03 131

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2,3,4,9-тетрагидро-6-(фенилметокси)-1Н-пиридо[3,4-b]индол-1-она («1-кето-6-бензилокси-1,2,3,4-тетра-гидро-β-карболин», «карболин») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1660—03 139

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-(фенил-метокси)бензоламина гидрохлорида («бензилового эфира п-аминофенола гидрохлорид») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1661—03 148

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2-[2-[5-(фенилметокси)-1Н-индол-3-ил]этил]-1Н-изоиндол-1,3(2Н)-диона («N-фталил-5-бензилокситриптамин») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1662—03 156

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 5-(фенилметокси)-1Н-индол-3-этанамина («5-бензилокситриптамин») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1663—03 165

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 5-(фенил-метокси)-1Н-индол-3-этанамина моногидрохлорида («5-бензилокси-триптамина гидрохлорид») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1664—03 174

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 3-[[4-(фенилметокси)фенил]гидразон]пиперидин-2,3-диона («3-(п-бензолокси)фенилгидразон пиперидиндиона-2,3», «гидразон») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1665—03 183

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 5-фтор-2,4(1Н,3Н)-пиримидиндиона (фторурацил) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1666—03 191

Спектрофотометрическое измерение 17-(циклобутилметил)морфинан-3,14-диола 2,3-дигидроксибутандиоата (1 : 1) (буторфанола тартрат) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1667—03 199

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций эндо-α-фенилбензолуксусной кислоты 8-метил-8-азабицикло[3.2.1]окт-3-илового эфира гидрохлорида (глипина гидрохлорид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1668—03 207

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций этил-6-[(гидроксимино)метил]-3-пиридинкарбонат («5-этоксикарбонилпиридин-2-альдоксим», «оксимоэфир») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1669—03 216

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций этил-2-оксо-3-пиперидинкарбоксилата («3-карбэтоксипиперидон-2») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1670—03 224

Измерение массовых концентраций этил-4-(8-хлор-5,6-дигидро-11 Н-бензо[5,6]циклогепта[1,2-б]пиридин-11-илиден)-1-пиперидинкарбоната (лоратадин, кларитин, кларотадин) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1671—03 233

Приложение 1. Приведение объема воздуха к стандартным условиям 242

Приложение 2. Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям 243

Приложение 3. Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ 244

Введение

Сборник методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 43) разработан с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочным безопасным уровням воздействия (ОБУВ) и являются обязательными при осуществлении санитарного контроля.

Включенные в данный сборник 28 методик контроля 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 измерений», МИ 2335—95 «Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа», МИ 2336—95 «Характеристики погрешности результатов количественного химического анализа. Алгоритмы оценивания».

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 дополнениях 1 к гигиеническим нормативам 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».

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
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
29 июня 2003 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций этил-4-(8-хлор-5,6-дигидро-11 Н--бензо[5,6]циклогепта[1,2-б]пиридин-11-илиден)-1--пиперидинкарбоната (лоратадин, кларитин, кларотадин) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

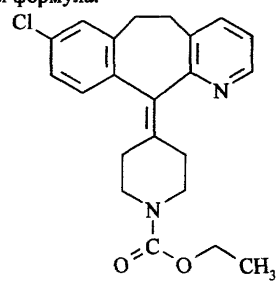
Методические указания
МУК 4.1.1671—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный анализ воздуха рабочей зоны на содержание лоратадина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в диапазоне массовых концентраций 0,025—0,250 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула.



2.2. Эмпирическая формула $C_{22}H_{23}ClN_2O_2$.

2.3. Молекулярная масса 382,87.

2.4. Регистрационный номер CAS 79794-75-5.

2.5. Физико-химические свойства.

Лоратадин – белый или почти белый кристаллический порошок. Температура плавления 133—135 °С. Легкорастворим в метиловом и этиловом спиртах, растворим в пропиленгликоле, нерастворим в воде.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Лоратадин – блокатор H_1-рецепторов гистамина второго поколения, широко применяется в клинической практике для лечения и предупреждения аллергических заболеваний, малоопасен при поступлении внутрь, не оказывает местно-раздражающего влияния, обладает выраженной кумулятивной активностью и общетоксическим действием.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) лоратадина в воздухе рабочей зоны 0,05 мг/м^3; класс опасности – первый.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений массовых концентраций лоратадина с погрешностью, не превышающей ± 21 %, при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерения массовой концентрации лоратадина выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии с применением УФ-детектора.

Измерение проводят при длине волны 254 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания лоратадина в хроматографируемом объеме пробы (10 мм^3) – 0,10 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации лоратадина в воздухе – 0,025 мг/м^3 (при отборе 2 000 дм^3 воздуха).

Метод специфичен в условиях производства таблеток лоратадина.

Определению не мешают крахмал картофельный, целлюлоза микрокристаллическая, лактоза, магний серноватисто-кислый.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Хроматограф жидкостный высокого давления фирмы Шимадзу SPD-MSA PHOTO-DIODE ARRAV с УФ-детектором	
Хроматографическая колонка, размером 150 × 4 мм, заполненная обращённо-фазовым сорбентом «KROMASILL 100-C_{18}» с размером частиц 5 мкм	
Аспирационное устройство, ПУ-3Э/220 НПФ «НОРД-ЭКОЛОГИЯ ХИМАВТОМАТИКА»	ТУ ЕВКН 4.471.000
Весы лабораторные ВЛА-200	ГОСТ 24104—88Е
Фильтры АФА-ХА-20 с фильтродержателем	ТУ 52-01-367—80
Фильтры типа «Миллипор» или «Владипор», диаметром пор 0,45 мкм,	ТУ 6-05-221-433—79
Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента», диаметром 5,5 см	ТУ 6-09-1678—77
Колбы мерные, вместимостью 25, 50, 100, 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки, вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Пробирки мерные с пришлифованными пробками, вместимостью 10 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Бюксы химические с пришлифованными крышками, вместимостью 25 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Стаканы химические, вместимостью 25, 50, 100 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Воронки химические, диаметром 30 мм	ГОСТ 25336—82
Палочки стеклянные	ГОСТ 25336—82Е
Баня ультразвуковая, фирмы «Шимадзу»	
Цилиндры мерные, вместимостью 10, 500, 1 000 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Секундомер	ГОСТ 5072—79
Лупа измерительная	ГОСТ 8309—75
Линейка измерительная металлическая	ГОСТ 427—75
Дистиллятор	ТУ 61-1-721—79

5.2. Реактивы

Лоратадин с содержанием основного вещества не менее 99,0 % в пересчете на сухое вещество, фирмы «Chemo Iberika S.A», Испания	НД 42-7958—97

Ацетонитрил, фирмы «Мерк» (ФРГ), для хроматографии	
Трифторуксусная кислота	ТУ 6-09-3877—80
Спирт метиловый, хч	ГОСТ 6995—77
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72

Допускается применение иных средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими, метрологическими характеристиками и квалификацией, не хуже приведенных в данном разделе.

6. Требования безопасности

6.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005—88.

6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ должны соблюдаться меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91.

6.3. При выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа высокого давления соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим или средним специальным образованием, прошедшие обучение и имеющие навыки работы на жидкостном хроматографе высокого давления.

8. Условия измерения

8.1. Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении 84—106 kPa и относительной влажности воздуха не более 80 %.

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

9. Подготовка к выполнению измерений

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

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Основной стандартный раствор лоратадина с концентрацией 250 мкг/см^3 готовят растворением 0,0250 г вещества в растворителе в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Раствор помещают в ультразвуковую баню на 15 мин, перемешивают и хранят в течение суток в холодильнике.

9.1.2. Стандартный раствор лоратадина № 1 с концентрацией 100 мкг/см^3 готовят разбавлением 10 см^3 основного стандартного раствора растворителем в мерной колбе вместимостью 25 см^3. Раствор применяют свежеприготовленным.

9.1.3. Стандартный раствор лоратадина № 2 с концентрацией 50 мкг/см^3 готовят разбавлением 25 см^3 стандартного раствора № 1 растворителем в мерной колбе вместимостью 50 см^3. Раствор применяют свежеприготовленным.

9.1.4. Элюент – ацетонитрил–вода в соотношении 40 : 60 (по объему). Непосредственно перед измерением в мерную колбу вместимостью 1 000 см^3 помещают 400 см^3 ацетонитрила, прибавляют 600 см^3 дистиллированной воды и 1 см^3 трифторуксусной кислоты. Раствор перемешивают, фильтруют через фильтр типа «Миллипор» или «Владипор» и дегазируют пропусканием гелия в течение 15 мин.

9.1.5. Растворитель – метиловый спирт–элюент в соотношении 50 : 50 (по объёму). Непосредственно перед измерением в мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают 250 см^3 метилового спирта, прибавляют элюент до 500 см^3 и перемешивают. Затем раствор фильтруют с помощью фильтров типа «Миллипор» или «Владипор» и дегазируют пропусканием гелия в течение 15 мин.

9.2. Подготовка прибора

Подготовку к работе жидкостного хроматографа высокого давления проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость величины площади пика (в приборных единицах) от массы лоратадина в хроматографируемом объеме раствора, устанавливают по методу абсолютной калибровки с использованием шести серий градуировочных растворов из пяти параллельных определений для каждой серии, согласно табл. 1.

Растворы применяют свежеприготовленными.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении лоратадина

Номер стандарта	Стандартный раствор кларотадина № 1, $см^3$	Стандартный раствор лоратадина № 2, $см^3$	Растворитель, $см^3$	Массовая концентрация лоратадина в градуировочном растворе, $мкг/см^3$	Содержание лоратадина в хроматографируемом объёме раствора, мкг
1	0,0	0,0	5,0	0,0	0,0
2	0,0	1,0	4,0	10,0	0,1
3	1,0	0,0	4,0	20,0	0,2
4	2,0	0,0	3,0	40,0	0,4
5	2,5	0,0	2,5	50,0	0,5
6	4,0	0,0	1,0	80,0	0,8
7	5,0	0,0	0,0	100,0	1,0

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

температура термостата колонки	40 °С;
скорость подачи элюента	1,0 $см^3$ /мин;
длина волны УФ-детектора	254 нм;
скорость движения диаграммной ленты	4,25 мм/мин;
максимальный объем вводимой пробы	10 $мм^3$;
время удерживания лоратадина	4 мин 5 с;
эффективность колонки не менее	1 000 т.т.

Проверку градуировочного графика проводят не реже 1 раза в месяц или в случае использования новой партии реактивов, оборудования и после ремонта прибора.

9.4. Отбор пробы воздуха

Воздух с объёмным расходом 200 $дм^3$/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА-20, помещенный в фильтродержатель. Для измерения ½ ПДК лоратадина следует отобрать 2 000 $дм^3$ воздуха. Отобранные пробы могут храниться в течение трех суток в бюксах с пришлифованными крышками.

10. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой переносят в химический бюкс с пришлифованной крышкой вместимостью 25 $см^3$, приливают 5 $см^3$ раство-

рителя, помещают в ультразвуковую баню и оставляют на 15 мин. Затем фильтр тщательно отжимают и удаляют. Полученный раствор перемешивают, фильтруют на химической воронке через бумажный фильтр «белая лента» в пробирку с пришлифованной пробкой вместимостью 10 см^3, доводят до 5 см^3 растворителем и помещают в ультразвуковую баню на 5 мин. Степень десорбции вещества с фильтра 98 %.

Хроматографирование анализируемых растворов проб проводят в тех же условиях, что и при построении градуировочной характеристики.

Количественное определение содержания лоратадина (мкг) в хроматографируемом объеме раствора пробы проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Примечание. Фильтрование растворов анализируемых проб проводится для удаления нерастворимых в растворителе вспомогательных веществ, входящих в состав таблеток лоратадина.

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию лоратадина (C, мг/м^3) в воздухе вычисляют по формуле:

$$C = \frac{а \cdot в}{б \cdot V}, \text{ где}$$

$а$ – содержание лоратадина в хроматографируемом объёме раствора, найденное по градуировочному графику, мкг;

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

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

V – объём воздуха, отобранного для анализа (дм^3) и приведенного к стандартным условиям (см. прилож. 1).

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа представляют в виде: $C \pm \Delta$, мг/м^3, $P = 0{,}95$. Значение $\Delta = 0{,}0022 + 0{,}21C$, мг/м^3, где Δ – характеристика погрешности.

13. Контроль погрешности методики КХА

Значения характеристики погрешности, норматива оперативного контроля погрешности и норматива оперативного контроля воспроизводимости приведены в табл. 2.

Таблица 2

Диапазон определяемых массовых концентраций лоратадина, мг/м^3	Наименование метрологической характеристики		
	характеристика погрешности, Δ, мг/м^3, $P = 0,95$	норматив оперативного контроля погрешности, K, мг/м^3, ($P = 0,90$, $m = 3$)	норматив оперативного контроля воспроизводимости, D, мг/м^3, ($P = 0,95$, $m = 2$)
0,025—0,250	$0,0022 + 0,21C$	$0,0031 + 0,26C$	$0,0086 + 0,37C$

Метрологические характеристики приведены в виде зависимости от значения массовой концентрации анализируемого компонента в пробе – C.

13.1. Оперативный контроль погрешности

Оперативный контроль погрешности выполняют в одной серии с КХА рабочих проб.

Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха рабочей зоны. Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. После отбора пробы экстракт с фильтра делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы – C_1. Вторую часть разбавляют соответствующим растворителем в два раза и снова делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, – C_2. Во вторую часть делают добавку анализируемого компонента (X) до массовой концентрации исходной рабочей пробы (C_1) – общая концентрация не должна превышать верхнюю границу диапазона измерения – и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой – C_3. Результаты анализа исходной рабочей пробы – C_1, рабочей пробы, разбавленной в два раза, – C_2 и рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой – C_3 получают по возможности в одинаковых условиях, т. е. их получает один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.

Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия:

$$|C_3 - C_2 - X| + |2C_2 - C_1| \le K, \text{ где}$$

C_1 – результат анализа рабочей пробы;

C_2 – результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза;

C_3 – результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой анализируемого компонента;

X – величина добавки анализируемого компонента;

K – норматив оперативного контроля погрешности

$$K = 0{,}0031 + 0{,}26C \text{ (мг/м}^3\text{)}.$$

13.2. Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха рабочей зоны.

Объем отобраной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. После отбора пробы экстракт с фильтра делят на две равные части и анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения анализа, т. е. получают два результата анализа в разных лабораториях или в одной, используя при этом разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов. Два результата анализа не должны отличаться друг от друга на величину допускаемых расхождений между результатами анализа:

$$|C_1 - C_2| \le D, \text{ где}$$

C_1 – результат анализа рабочей пробы;

C_2 – результат анализа этой же пробы, полученный в другой лаборатории или в этой же, но другим аналитиком с использованием другого набора мерной посуды и других партий реактивов;

D – допустимые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы

$$D = 0{,}0086 + 0{,}37C \text{ (мг/м}^3\text{)}.$$

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива D выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 5 ч.

Методические указания разработаны Государственным унитарным предприятием «Всероссийский научный центр по безопасности биологически активных веществ» (В. П. Жестков, А. П. Крымов, В. Ф. Алещенко, Л. И. Крымова).

Приложение 1

Приведение объема воздуха к стандартным условиям

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 20 °С и давление 101,33 кПа) проводят по формуле:

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

V_t – объем воздуха, отобранного 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 °C	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

		стр.
1	аглиам	7
2	N-ацетилглицин	32
3	буторфанола тартрат	199
4	глипина гидрохлорид	207
5	глицират	56
6	глицирризинат натрия	56
7	дигоксин	81
8	дийодид	91
9	идебенон	40
10	карбоксим	99
11	кларитин	233
12	кларотадин	233
13	лоратадин	233
14	Д-мальтоза моногидрат	48
15	метотрексат	72
16	моксонидин	115
17	оксимоэфир	216
18	5-окситриптамина адипинат	15
19	педифен	107
20	пентифин	131
21	рутин	64
22	серотонина адипинат	15
23	солодовый сахар	48
24	физиотенз	115
25	фторурацил	191
26	цинт	115

gost.e-ecolog.ru