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

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

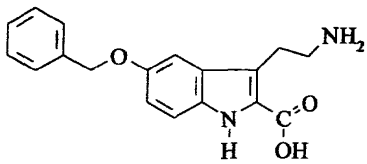
Методические указания МУК 4.1.1646—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный спектрофотометрический анализ воздуха рабочей зоны на содержание 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты в диапазоне массовых концентраций 0,5—5,0 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула.



2.2. Эмпирическая формула $C_{18}H_{18}N_2O_3$.

2.3. Молекулярная масса 310,32.

2.4. Регистрационный номер CAS 54987-14-3.

2.5. Физико-химические свойства.

3-(2-Аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновая кислота – кристаллический порошок песочно-кремового или бежевого цвета с

температурой плавления 240—242 °С. Нерастворим в воде, хлороформе, ацетоне, этилацетате, плохо растворим (0,9 % при 20 °С) в этиловом и метиловом спиртах, растворим в смеси этиловый спирт–1 н водный раствор серной кислоты в соотношении (1 : 1) по объёму.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика.

3-(2-Аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновая кислота – промежуточный продукт синтеза серотонина адипината, малоопасен при введении внутрь, практически нетоксичен при парентеральных путях поступления, оказывает слабое раздражающее действие на кожу, обладает кумулятивным, кожно-резорбтивным и общетоксическим действием.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты в воздухе рабочей зоны 1,0 мг/м^3.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений массовых концентраций 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты с погрешностью, не превышающей ± 19,0 %, при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерения массовых концентраций 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты выполняют методом спектрофотометрии.

Метод определения основан на способности растворов 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты в смеси этиловый спирт–1 н водный раствор серной кислоты в соотношении (1 : 1) по объёму поглощать УФ-излучение.

Измерение проводят при длине волны 300 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты в анализируемом объеме пробы – 15,0 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты в воздухе – 0,5 мг/м^3 (при отборе 30 дм^3 воздуха).

Метод специфичен в условиях производства субстанции 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты.

Определению не мешают пары уксусной кислоты, этилового спирта, аэрозоль 3-[[4-(фенилметокси)фенил]гидразон]пиперидин-2,3-диона.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Спектрофотометр Specord M-40, Carl Zeiss	
Весы лабораторные ВЛА-200	ГОСТ 24104—88Е
Аспирационное устройство, модель 822	ГОСТ 2.6.01—86
Фильтродержатели	ТУ 95.72.05—77
Фильтры АФА-ХА-10	ТУ 95-743—80
Колбы мерные, вместимостью 25, 100, 500, 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74Е
Колбы конические термостойкие, вместимостью 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74 Е
Пипетки, вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Пробирки мерные с пришлифованными пробками, вместимостью 10, 20 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Палочки стеклянные	ГОСТ 25336—82Е
Баня водяная	ТУ 64-1-425—72
Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм	
Цилиндры мерные, вместимостью 50, 500 $см^3$	ГОСТ 1770—74Е
Дистиллятор	ТУ 61-1-721—79

5.2. Реактивы, растворы

3-(2-Аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновая кислота с содержанием основного вещества не менее 99,0 % в пересчете на сухое вещество	МРТУ – 42 № 3851—70
Этиловый спирт, 95 %-й, ректификат	ГОСТ 5963—67
Серная кислота, хч, 1 н водный раствор	ГОСТ 4207—77
Дистиллированная вода	ГОСТ 6709—72

Допускается применение иных средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими и 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 спектрофотометра 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 спектрофотометре.

8. Условия измерений

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

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

9. Подготовка к выполнению измерений

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

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Основной стандартный раствор 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты с концентрацией 200 мкг/см^3 готовят растворением 0,0200 г вещества в смеси этиловый спирт–1 н водный раствор серной кислоты в соотношении (1 : 1) по объёму при нагревании на водяной бане при температуре 40—45 °С в течение 15 мин в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.1.2. Стандартный раствор № 1 с концентрацией 50 мкг/см^3 готовят разбавлением 25 см^3 основного стандартного раствора смесью этиловый спирт–1 н водный раствор серной кислоты в соотношении (1 : 1) по объёму в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.1.3. Стандартный раствор № 2 с концентрацией 30 мкг/см^3 готовят разбавлением 15 см^3 стандартного раствора № 1 смесью этиловый спирт–1 н водный раствор серной кислоты в соотношении (1 : 1) по объёму в мерной колбе вместимостью 25 см^3. Раствор используют свежеприготовленным.

9.1.4. Раствор серной кислоты 1 н водный. В коническую термостойкую колбу вместимостью 1 000 см^3, помещают 500 см^3 дистиллированной воды. Затем медленно и осторожно, при постоянном перемешивании, приливают 28 см^3 концентрированной серной кислоты (плотность 1,84). Раствор охлаждают, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1 000 см^3 и доводят дистиллированной водой до 1 000 см^3. Раствор устойчив в течение 30 суток.

9.1.4. Смесь этиловый спирт–1 н водный раствор серной кислоты в соотношении (1 : 1) по объёму. Непосредственно перед употреблением в мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают 250 см^3 этилового спирта, прибавляют 1 н водный раствор серной кислоты до 500 см^3 и перемешивают.

9.2. Подготовка прибора

Подготовку спектрофотометра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности раствора от массы 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты, устанавливают по шести сериям растворов из пяти параллельных определений в каждой серии растворов для градуировки согласно табл. 1.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты

Номер стандарта	Стандартный раствор 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты № 1, см^3	Стандартный раствор 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты № 2, см^3	Смесь этиловый спирт–1 н водный раствор серной кислоты в соотношении (1 : 1) по объёму, см^3	Содержание 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты в градуировочном растворе, мкг
1	0,0	0,0	10,0	0,0
2	0,0	1,0	9,0	15,0
3	0,0	2,0	8,0	30,0
4	1,0	0,0	9,0	50,0
5	1,5	0,0	8,5	75,0
6	2,0	0,0	8,0	100,0
7	3,0	0,0	7,0	150,0

Градуировочные растворы устойчивы в течение часа.

Подготовленные градуировочные растворы перемешивают и через 20 мин измеряют оптические плотности растворов в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 300 нм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества. Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс – соответствующие им содержания 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты в мкг.

Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в квартал или в случае использования новой партии реактивов, оборудования и после ремонта прибора.

9.4. Отбор проб воздуха

Воздух с объёмным расходом 10 дм^3/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА-10, помещенный в фильтродержатель. Для измерения ½ ОБУВ 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты следует отобрать 30 дм^3 воздуха. Пробы хранят в бюксе химическом в сухом, защищенном от света месте при температуре не выше 20 °С не более трех суток.

10. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой переносят в мерную пробирку с пришлифованной пробкой вместимостью 20 см^3, приливают 5 см^3 смеси этиловый спирт–1 н водный раствор серной кислоты в соотношении (1 : 1) по объёму, помещают на водяную баню при температуре 40—50 °С на 15 мин, периодически перемешивая для лучшего растворения 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты. Затем фильтр тщательно отжимают, повторно обрабатывают 5 см^3 смеси этиловый спирт–1 н водный раствор серной кислоты в соотношении (1 : 1) по объёму и помещают на водяную баню при температуре 40—50 °С на 15 мин, периодически перемешивая. Фильтр снова тщательно отжимают стеклянной палочкой и удаляют. Оба раствора сливают в мерную пробирку вместимостью 10 см^3 и доводят смесью этиловый спирт–1 н водный раствор серной кислоты в соотношении (1 : 1) по объёму до 10 см^3. Степень десорбции 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты с фильтра 97 %.

Оптическую плотность анализируемых растворов измеряют в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 300 нм по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробам, используя чистый фильтр.

Количественное определение содержания 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты (C, мг/м^3) в воздухе рабочей зоны вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a}{V}, \text{ где}$$

a – содержание 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочному графику, мкг;

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

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа представляют в виде: $C \pm \Delta$, мг/м^3, $P = 0{,}95$. Значение $\Delta = 0{,}015 + 0{,}19C$, 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 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты, 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, ($P = 0{,}95$, $m = 2$)
0,5—5,0	$0{,}015 + 0{,}19C$	$0{,}022 + 0{,}20C$	$0{,}060 + 0{,}32C$

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 верхней границы 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

$$K = 0{,}022 + 0{,}20C \text{ (мг/м}^3\text{)}.$$

13.2. Оперативный контроль воспроизводимости

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 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

$$D = 0{,}060 + 0{,}32C \text{ (мг/м}^3\text{)}.$$

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 1 ч 30 мин.

Методические указания разработаны Государственным унитарным предприятием «Всероссийский научный центр по безопасности биологически активных веществ ГУП» (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