Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний МУК 4.1.1678—4.1.1710—03

Выпуск 44

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 4.1.1678—4.1.1710—03

Выпуск 44

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний. Вып. 44— М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2007.—287 с.

ISBN 5—7508—0688—X

1. Методические указания подготовлены 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. Протокол № 17 от 16 марта 2003 г.

5. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации Г. Г. Онищенко 29 июня 2003 г.

6. Введены впервые.

ББК 51.21

ISBN 5—7508—0688—X

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

Содержание

Введение 5

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 3′-азидо-3′-дезокситимидина (азидотимидин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1678—03 6

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 33-[(3-амино-3,6-дидеокси-β-D-маннопиранозил)окси]-1,3,4,7,9,11,17,37-октагидрокси-15,16,18-триметил-13-оксо-14,39-диоксабицикло-[33,3,1]нонатриаконта-19,21,25,27,29,31-гексаен-36-карбоновой кислоты (нистатин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1679—03 14

Спектрофотометрическое измерение массовой концентрации 3-[[[2-[(аминоиминометил)амино]-4-тиазолил]метил]тио]-N-(аминосульфонил) пропанимида (фамотидин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1680—03 23

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N-(аминокарбонил)-2-бром-3-метилбутанамида (бромизовал) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1681—03 31

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций (7α,17α)-7-(ацетилтио)-17-гидрокси-3-оксопрегн-4-ен-21-карбоновой кислоты γ-лактона (спиронолактон) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1682—05 41

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций соли (±)-5-бензоил-2,3-дигидро-1H-пирролизин-1-карбоновой кислоты с 2-амино-2-(гидроксиметил)-1,3-пропандиолом (1 : 1) (кеторолака трометамин, кеторолак, кеторол) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1683—03 49

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1-бензоил-2-имидазолидинона в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1684—03 57

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1-бензоил-5-фенил-5-этил-2,4,6(1H, 3H, 5H)-пиримидинтриона (бензонал, бензобарбитал) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1685—03 65

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций (8β)-1,6-диметилэрголин-10-метокси-8-метанол-5-бром-3-пиридинкарбоксилата (ницерголин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1686—03 73

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-O-β-D-галактопиранозил-α-D-глюкозы моногидрата (лактоза моногидрат, сахар молочный) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1687—03 81

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций гидразина сульфата (сегидрин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1688—03 90

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций [(4-гидрокси-3-метоксифенил)метилен] гидразида 4-пиридинкарбоновой кислоты моногидрата (фтивазид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1689—03 99

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1,4: 3,6-диангидро-Д-глицитола динитрата (изосорбида динитрат, нитросорбид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1690—03 107

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций (6α,11β,16α)-11,21-дигидрокси-6,9-дифтор-16,17-[(1-метилэтилиден)бис(окси)прегна-1,4-диен-3,20-диона (синафлан, флуоцинолона ацетонид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1691—03 117

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1,7-дигидро-6H-пурин-6-тиона моногидрата (меркаптопурин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1692—03 126

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1,4-диоксид 2, 3-хиноксалиндиметанола (диоксидин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1693—03 134

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций [R-(R*,R*)]-2,2-дихлор-N-[2-гидрокси-1-(гидроксиметил)-2-(4-нитрофенил)этил]ацетамида (синтомицин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1694—03 142
Измерение массовых концентраций 2-(2,6-дихлорфениламино)имидазолина гидрохлорида (клофелин, клонидин) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1695—03 150
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций (R*,S*)-4,4′-(1,2-диэтил-1,1-этандиил)бис[бензолсульфоновая кислота] дикалиевой соли (сигетин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1696—03 160
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1-[(3,4-диэтоксифенил)метилен]-6,7-диэтокси-1,2,3,4-тетрагидроизохинолина гидрохлорида (дротаверина гидрохлорид, но-шпа) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1697—03 168
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций какао-порошка в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1698—03 176
Измерение массовых концентраций кальция сульфата дигидрата (гипсовое вяжущее) в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: МУК 4.1.1699—03 185
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций лигнина модифицированного, гидролизного, окисленного (лигнин гидролизный, окисленный) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1700—03 193
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций (S, S)-1-(3-меркапто-2-метил-пропионил)пирролидин-2-карбоновой кислоты (каптоприл; капотен) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1701—03 202
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2,2′-метилендигидразида 4-пиридинкарбоновой кислоты (метазид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1702—03 210
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N-метил-N-нитрозомочевины (нитрозометилмочевина) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1703—03 218
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 6-метил-(1H, 3H)-пиримидин-2,4-диона (метилурацил) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1704—03 227
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 5-метокси-2-[[(4-метокси-3,5-диметил-2-пиридинил)метил]сульфинил]-1H-бензимидазола (омепразол) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1705—03 235
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-нитро-2-хлорфенола (нихлофен, нитрофунгин, хлорнитрофенол) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1706—03 244
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций натриевой соли 9-оксо-10(9H)-акридинацетата (неовир) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1707—03 252
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-пиридинкарбоновой кислоты гидразида (изониазид, тубазид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1708—03 260
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-пиридинкарбоновой кислоты гидразида комплекса с железа(II)сульфатом дигидрата (феназид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1709—03 268
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 5-фенил-5-этилдигидро- 4,6(1H, 5H) пиримидиндиона (гексамидин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1710—03 276

Введение

Сборник методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 44) 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 33 методики 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 гигиенических нормативах ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и ГН 2.2.5.1314—03 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

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 1,4: 3,6-диангидро-Д-глицитола динитрата (изосорбида динитрат, нитросорбид) в воздухе рабочей зоны

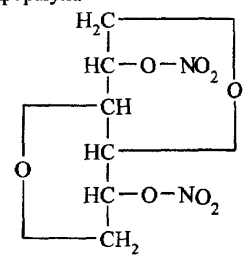
Методические указания МУК 4.1.1690—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный спектрофотометрический анализ воздуха рабочей зоны на содержание нитросорбида в диапазоне концентраций 0,015—0,45 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула $C_6H_8N_2O_9$.
2.3. Молекулярная масса 236,16.
2.4. Регистрационный номер CAS 87–33–0.

2.5. Физико-химические свойства.

Нитросорбид – белый мелкокристаллический порошок, без запаха с температурой плавления 69—71 °С. Практически не растворим в воде, умеренно (1 г в 50 $см^3$) растворим в 95 %-м спирте, легко растворим в эфире и хлороформе.

Нитросорбид, как и многие другие эфиры азотной кислоты, взрывоопасен. Хранение по списку Б, герметично, в сухом, прохладном, защищенном от света месте, вдали от огня.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль + пары.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Нитросорбид – антиангинальное, сосудорасширяющее средство, входит в группу органических нитратов. По фармакологическому и биологическому действию имеет сходство с нитроглицерином. Нитросорбид оказывает влияние на центральную нервную и сердечно-сосудистую системы, обладает эмбрио- и гонадотоксическим эффектами. Нитросорбид может вызывать привыкание.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) нитросорбида в воздухе рабочей зоны 0,03 $мг/м^3$; 1 класс опасности.

3. Погрешность измерений

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

4. Метод измерений

Измерения массовой концентрации нитросорбида выполняют методом спектрофотометрии.

Метод определения основан на гидролизе нитросорбида в спиртовом растворе натрия гидроокиси с образованием нитрит-ионов и последующим их спектрофотометрическим определением реактивом Гриесса-Илосвая.

Измерение производят при длине волны 526 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр и в спирт этиловый 95 %.

Нижний предел измерения содержания нитросорбида в анализируемом объеме пробы – 1 мкг.

Нижний предел измерения концентрации нитросорбида в воздухе - 0,015 $мг/м^3$ (при отборе 70 $дм^3$ воздуха).

Метод специфичен в условиях производства таблеток нитросорбида.

Определению не мешают сахар, крахмал картофельный, кальций стеариново-кислый.

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

При выполнении измерений применяют следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы и 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
Фильтродержатель	ТУ 95.72.05—77
Фильтры АФА-ВП-10	ТУ 95-743—80
Поглотительный прибор Рихтера 7П	ТУ 25-11-1081—75
Колбы мерные, вместимостью 100 $см^3$, 500 $см^3$	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки, вместимостью 1, 2, 5, 10 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Колбы грушевидные, вместимостью 50 $см^3$	ГОСТ 23932—90
Колбы конические термостойкие, вместимостью 100, 250 $см^3$	ГОСТ 1770—74Е
Колбы конические, вместимостью 200 $см^3$	ГОСТ 1770—74Е
Кружка фарфоровая, вместимостью 500 $см^3$	ГОСТ 9147—80
Пробирки мерные с притертыми пробками, вместимостью 10 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Стаканы химические, вместимостью 25 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Цилиндры мерные, вместимостью 25, 50, 100, 250, 500 $см^3$	ГОСТ 1770—74Е
Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента», диаметр 5,5 см	ТУ 6-09-1678—77
Воронки химические, диаметр 30 мм	ГОСТ 25336—82
Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм	
Баня водяная	ТУ 64-1-425—72
Секундомер	ГОСТ 5072—79
Термометр лабораторный стеклянный, от 0 до 100 °С	ГОСТ 16590—71
Дистиллятор	ТУ 61-1-721—79

5.2. Реактивы, растворы

Нитросорбид, с содержанием основного вещества не менее 99,0 % в пересчете на сухое вещество	ВФС 42-422—92
Спирт этиловый, 95 %, ректификат	ГОСТ 5963—67
Натрия гидроокись, хч, 15 %-ый водный раствор	ГОСТ 4328—77
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72

Кислота серная, хч, плотность 1,84 г/см^3, 20 %-ый водный раствор	ГОСТ 4204—77
Кислота уксусная ледяная, плотность 1,05 г/см^3, 10 %-ый водный раствор	ГОСТ 61—75
Кислота сульфаниловая	ГОСТ 5821—78
1-Нафтиламин	ГОСТ 8827—74

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.

6.4. При работе с нитросорбидом следует учитывать его взрывоопасность и не проводить операции с веществом в больших количествах.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим или средним специальным образованием, прошедших обучение и имеющих 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, подготовка спектрофотометра, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Основной стандартный раствор нитросорбида с концентрацией 500 мкг/см^3 готовят растворением 0,0500 г вещества в спирте этиловом 95 % в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Раствор устойчив в течение двух недель при хранении в холодильнике.

9.1.2. Стандартный раствор нитросорбида № 1 с концентрацией 50 мкг/см^3 готовят разбавлением 10 см^3 основного стандартного раствора спиртом этиловым 95 % в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.1.3. Стандартный раствор нитросорбида № 2 с концентрацией 5 мкг/см^3 готовят разбавлением 10 см^3 стандартного раствора № 1 спиртом этиловым 95 % в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Раствор используют свежеприготовленным.

9.1.4. Приготовление 15 %-го водного раствора натрия гидроокиси: 15 г натрия гидроокиси вносят в фарфоровую кружку, добавляют 85 см^3 дистиллированной воды при перемешивании стеклянной палочкой, раствор используют для анализа после охлаждения. Раствор устойчив в течение двух недель.

9.1.5. Приготовление 20 %-го водного раствора серной кислоты: в коническую термостойкую колбу вместимостью 200 см^3, наливают 50 см^3 дистиллированной воды и осторожно, при перемешивании, добавляют 11 см^3 концентрированной серной кислоты (плотность 1,84 г/см^3), затем добавляют 30 см^3 дистиллированной воды, раствор перемешивают и охлаждают. Полученный раствор переносят в мерную колбу, вместимостью 100 см^3, и доводят дистиллированной водой до метки. Раствор устойчив в течение месяца.

9.1.6. Приготовление 10 %-го водного раствора уксусной кислоты: в мерную колбу вместимостью 500 см^3, наливают 300 см^3 дистиллированной воды и добавляют 47,5 см^3 ледяной уксусной кислоты (плотность 1,05 г/см^3), раствор перемешивают и доводят дистиллированной водой до метки. Раствор устойчив в течение месяца.

9.1.7. Приготовление раствора сульфаниловой кислоты: в коническую колбу, вместимостью 200 см^3, внести 0,5 г сульфаниловой кислоты и добавить 150 см^3 10 %-й уксусной кислоты.

9.1.8. Приготовление раствора 1-нафтиламина: 0,1 г 1-нафтиламина вносят в коническую термостойкую колбу, вместимостью 100 см^3, добавляют 20 см^3 дистиллированной воды, нагревают на кипящей водяной бане до образования на дне лиловой капли. Бесцветный раствор декантируют в коническую колбу вместимостью 200 см^3, и доводят до 150 см^3 10 %-м водным раствором уксусной кислоты.

9.1.9. Приготовление реактива Грисса-Илосвая: перед употреблением смешивают равные объемы растворов сульфаниловой кислоты и 1-нафтиламина.

Растворы сульфаниловой кислоты и 1-нафтиламина хранят в темных склянках; они пригодны к употреблению пока не приобретут бурую окраску.

Все реактивы и дистиллированная вода не должны давать положительной реакции на ион нитрита.

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 нитросорбида, устанавливают по 6 сериям растворов из 5 параллельных определений для каждой серии согласно табл. 1.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении нитросорбида

Номер стандарта	Стандартный раствор нитросорбида № 1, $см^3$	Стандартный раствор нитросорбида № 2, $см^3$	Спирт этиловый 95 %, $см^3$	Содержание нитросорбида в анализируемом объеме, мкг
1	0,0	0,0	10,0	0,0
2	0,0	0,2	9,8	1,0
3	0,0	0,4	9,6	2,0
4	0,0	1,0	9,0	5,0
5	0,2	0,0	9,8	10,0
6	0,4	0,0	9,6	20,0
7	0,6	0,0	9,4	30,0

Градуировочные растворы используют свежеприготовленными.

Градуировочные растворы готовят в грушевидных колбах вместимостью 50 $см^3$. Колбу помещают в нагретую до 50 °С водяную баню на 3 мин (не больше). Затем прибавляют 0,1 $см^3$ 15 %-го водного раствора натрия гидроокиси, перемешивают и выпаривают досуха на водяной бане при температуре бани 90—95 °С в течение 50—60 мин. Остаток в колбе растворяют в 4,0 $см^3$ дистиллированной воды, добавляют 0,1 $см^3$

20 %-го водного раствора серной кислоты и 1,0 см^3 реактива Гриесса-Илосвая. После прибавления каждого реактива раствор перемешивают. Через 30 мин измеряют оптические плотности растворов в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 526 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 нитросорбида в мкг.

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

9.4. Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 7 дм^3/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, помещенный в фильтродержатель, и один поглотительный прибор, содержащий 10 см^3 спирта этилового 95 %. При отборе поглотительный прибор охлаждается льдом с солью. Для измерения ½ ПДК следует отобрать 70,0 дм^3 воздуха. Пробы хранят герметично в химических бюксах с пришлифованными крышками в холодильнике не более трех суток.

10. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой переносят в химический бюкс с пришлифованной крышкой, вместимостью 25 см^3, приливают 5 см^3 раствора из поглотительного прибора и оставляют на 15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр тщательно отжимают, повторно обрабатывают 5 см^3 раствора из поглотительного прибора. Фильтр снова тщательно отжимают и удаляют. Оба экстракта последовательно фильтруют на химической воронке через бумажный фильтр «белая лента» в грушевидную колбу, вместимостью 50 см^3. Степень десорбции вещества с фильтра – 97 %. Раствор обрабатывают аналогично градуировочным растворам. Оптическую плотность получаемых анализируемых растворов измеряют в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 526 нм по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробам, используя чистый фильтр.

Количественное определение содержания нитросорбида проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Примечание: фильтрование растворов анализируемых проб проводится для удаления нерастворимых в спирте этиловом вспомогательных веществ, входящих в состав таблеток нитросорбида.

11. Вычисление результатов измерений

Концентрацию нитросорбида (C, мг/м^3) в воздухе вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a}{V}, \text{ где}$$

a – количество вещества, найденное в анализируемом объеме раствора по градуировочному графику, мкг;

V – объем воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям, дм^3.

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа представляют в виде:

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

Значение $\Delta = 0{,}00088 + 0{,}21\ C$, мг/м^3, где

Δ – характеристика погрешности.

13. Контроль погрешности методики КХА

Таблица 2

Значения характеристики погрешности, норматива оперативного контроля погрешности и норматива оперативного контроля воспроизводимости

Диапазон определяемых концентраций нитросорбида, 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, ($P = 0{,}95$, $m = 2$)
0,015—0,45	$0{,}00088 + 0{,}21\ C$	$0{,}0017 + 0{,}25\ C$	$0{,}0024 + 0{,}39\ C$

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 ме-

тодике. 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 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.

$$K = 0{,}0017 + 0{,}25\ C\ (\text{мг/м}^3)$$

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. Отобранный объем 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:

$$|C_1 - C_2| \leq D, \text{ где}$$

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.

$$D = 0{,}0024 + 0{,}39\ C\ (\text{мг/м}^3)$$

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 2 ч 40 мин.

Методические указания разработаны Государственным унитарным предприятием «Всероссийский научный центр по безопасности биологически активных веществ» (ГУП «ВНЦ БАВ»): 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, отобранный для анализа, дм^3;

P – барометрическое давление, кПа (101,33 кПа = 760 мм рт. ст.);

t – температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

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

Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

t, °С	Давление *P*, 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. азидотимидина	6
2. бензобарбитал	65
3. бензонал	65
4. бромизовал	31
5. гексамидин	276
6. гидразина сульфат	90
7. гипсовое вяжущее	185
8. диоксидин	134
9. дротаверина гидрохлорид	168
10. изониазид	260
11. изосорбида динитрат	107
12. какао	176
13. какао-порошок	176
14. кальция сульфат дигидрат	185
15. капотен	202
16. каптоприл	202
17. кеторол	49
18. кеторолак	49
19. кеторолака трометамин	49
20. клонидин	150
21. клофелин	150
22. лактоза	81
23. лактоза моногидрат	81
24. лигнин	193
25. лигнин модифицированный гидролизный окисленный	193
26. меркаптопурин	126
27. метазид	210
28. метилурацил	227
29. молочный сахар	81
30. неовир	252
31. нистатин	14
32. нитрозометилмочевина	218
33. нитросорбид	107
34. нитрофунгин	244
35. нихлофен	244
36. ницерголин	73

37. но-шпа 168
38. омепразол 235
39. сахар молочный 81
40. сегидрин 90
41. сигетин 160
42. синафлан 117
43. синтомицин 142
44. спиронолактон 41
45. тубазид 260
46. фамотидин 23
47. феназид 268
48. флуоцинолона ацетонид 117
49. фтивазид 99
50. хлорнитрофенол 244

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.1678—4.1.1710—03

Выпуск 44

Редакторы Аванесова Л. И., Глазкова М. Ф.,
Кожока Н. В., Кучурова Л. С., Максакова Е. И.
Технический редактор Ломанова Е. В.

Подписано в печать 30.03.07

Формат 60x88/16 Печ. л. 18,0

Тираж 500 экз. Заказ 10

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 технического обеспечения
федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., д. 19а

gost.e-ecolog.ru