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

Измерение массовых концентраций 2-(2,6-дихлорфениламино)имидазолина гидрохлорида (клофелин, клонидин) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

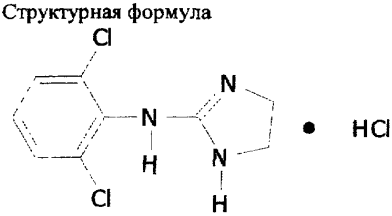
Методические указания МУК 4.1.1695—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный анализ воздуха рабочей зоны на содержание клофелина методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в диапазоне массовых концентраций 0,0005—0,005 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула $C_9H_9Cl_2N_3 \cdot HCl$.
2.3. Молекулярная масса 266,60.
2.4. Регистрационный номер CAS 4205-91-8.
2.5. Физико-химические свойства.

Клофелин – белый кристаллический порошок. Растворим в воде, этиловом и метиловом спиртах, плохо растворим в хлороформе и эфире.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Клофелин – производное имидазолина, гипотензивное средство центрального действия с седативным эффектом, оказывает остро направленное действие на ЦНС, обладает общетоксическим, кумулятивным и резко выраженным кожно-резорбтивным действием. Клофелин эффективен в чрезвычайно низких дозах (от 0,0375 мг). При работе с клофелином должен быть исключен его контакт с органами дыхания и кожей.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) клофелина в воздухе рабочей зоны 0,001 мг/м^3; 1 класс опасности.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений массовых концентраций клофелина с погрешностью, не превышающей ± 19 %, при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

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

Измерение проводят при длине волны 210 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания клофелина в хроматографируемом объеме пробы (10 мм^3) – 0,04 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации клофелина в воздухе – 0,0005 мг/м^3 (при отборе 8 000 дм^3 воздуха).

Метод специфичен в условиях производства таблеток клофелина.

Определению не мешают крахмал картофельный, целлюлоза мелкокристаллическая, лактоза, магний стеариново-кислый.

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

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Хроматограф жидкостный высокого давления «Милихром» или другие модели с УФ-детектором	
Хроматографическая колонка размером 80 × 2 мм, заполненная обращенно-фазовым сорбентом «СИЛАСОРБ SPH C_{18}» с размером частиц 5 мкм	
Весы лабораторные ВЛА-200	ГОСТ 24104—88Е
Аспирационное устройство, ПУ-3Э/220 с диапазоном расхода воздуха 40—400 $дм^3$/мин ЗАО «Химко» «НОРД-ЭКОЛОГИЯ ХИМАВТОМАТИКА»	ТУ ЕВКН 4.471.000
Фильтродержатели	ТУ 95.72.05—77
Фильтры АФА-ВП-20	ТУ 95-743—80
Фильтры типа «Миллипор» или «Владипор», с диаметром пор 0,45 мкм	ТУ 6-05-221-433—79
Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента», диаметр 5,5 см	ТУ 6-09-1678—77
Воронки химические, диаметр 30 мм	ГОСТ 25336—82Е
Колбы мерные, вместимостью 25, 50, 100 $см^3$	ГОСТ 1770—74Е
Колбы грушевидные, вместимостью 25 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
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
Баня ультразвуковая, фирмы «Шимадзу»	
Секундомер	ГОСТ 5072—79
Лупа измерительная	ГОСТ 8309—75
Линейка измерительная металлическая	ГОСТ 427—75
Палочки стеклянные	ГОСТ 25336—82Е
Иономер универсального типа ЭВ-74 с погрешностью измерения не более 0,05 pH	
Цилиндры мерные, вместимостью 10, 500, 1 000 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Роторный испаритель, ИР-1М	ТУ 25-11-917—76
Дистиллятор	ТУ 61-1-7210—79

5.2. Реактивы, растворы

Клофелин, с содержанием основного вещества не менее 99,0 %, в пересчете на сухое вещество	ФС 42-1776—91

Спирт этиловый, 95 %, «ректификат»	ГОСТ 5963—67
Ацетонитрил, фирмы «Мерк» (ФРГ), для хроматографии	
Аммоний уксусно-кислый, хч, 0,01 М раствор	ГОСТ 3117—78
Кислота ледяная уксусная, хч, плотность 1,05 г/см^3, 0,01 М раствор	ГОСТ 61—75
Аммиак водный, 25 %-й раствор	ТУ 2760—64
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 кПа 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, элюента, подготовка жидкостного хроматографа высокого давления, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Основной стандартный раствор клофелина с концентрацией 500 мкг/см^3 готовят растворением 0,0500 г вещества в элюенте в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Раствор устойчив в течение 7 суток при хранении в холодильнике.

9.1.2. Стандартный раствор клофелина № 1 с концентрацией 100 мкг/см^3 готовят разбавлением 5 см^3 основного стандартного раствора элюентом в мерной колбе, вместимостью 25 см^3. Раствор применяют свежеприготовленным.

9.1.3. Стандартный раствор клофелина № 2 с концентрацией 40 мкг/см^3 готовят разбавлением 10 см^3 стандартного раствора № 1 элюентом в мерной колбе вместимостью 25 см^3. Раствор применяют свежеприготовленным.

9.1.4. 0,01 М водный раствор кислоты ледяной уксусной. В мерную колбу вместимостью 1 000 см^3 приливают 800 см^3 дистиллированной воды, добавляют 0,58 см^3 ледяной уксусной кислоты (плотность 1,05 г/см^3), доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 000 см^3 и перемешивают. Раствор устойчив в течение 30 суток.

9.1.5. 0,01 М раствор аммония уксусно-кислого с pH 6,6. Растворяют 0,770 г аммония уксусно-кислого в 800 см^3 дистиллированной воды, доводят кислотой уксусной или аммиаком до pH 6,60 ± 0,02, после чего доводят объем раствора водой до 1 000 см^3 и перемешивают. Раствор устойчив в течение 30 суток.

9.1.6. Элюент: непосредственно перед измерением в мерную колбу, вместимостью 500 см^3, помещают 250 см^3 0,01 М раствора аммония уксусно-кислого с pH 6,60 ± 0,02, прибавляют ацетонитрил 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 жидкостного хроматографа высокого давления проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость высоты пика (мм) от массы клофелина в хроматографируемом объеме раствора пробы, устанавливают по методу абсолютной калибровки с использованием 6 серий градуировочных растворов из 5 параллельных определений для каждой серии, согласно табл. 1.

Растворы применяют свежеприготовленными.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении клофелина

Номер стандарта	Стандартный раствор клофелина № 1, $см^3$	Стандартный раствор клофелина № 2, $см^3$	Элюент, $см^3$	Массовая концентрация клофелина в градуировочном растворе, $мкг/см^3$	Содержание клофелина в хроматографируемом объеме, мкг
1	0,00	0,0	10,0	0,00	0,00
2	0,00	1,0	9,00	4,0	0,04
3	1,00	0,0	9,00	10,0	0,10
4	1,50	0,0	8,50	15,0	0,15
5	2,00	0,0	8,00	20,0	0,20
6	3,00	0,0	7,00	30,0	0,30
7	4,00	0,0	6,00	40,0	0,40

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

Температура термостата колонки 20 °С.

Скорость подачи элюента 100 мкл /мин.

Чувствительность измерения детектора 0,1

Длина волны УФ-детектора 210 нм.

Скорость движения диаграммной ленты 3 мм/мин. Максимальный объем вводимой пробы 10 $мм^3$. Время удерживания клофелина 3 мин 9 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 или после ремонта прибора.

9.4. Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 400 $дм^3$/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-20, помещенный в фильтродержатель. Для измерения

½ ПДК клофелина следует отобрать 8 000 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 95 %-го этилового спирта и оставляют на 15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр отжимают и повторно обрабатывают 5 см^3 95 %-го этилового спирта. Фильтр снова тщательно отжимают стеклянной палочкой и удаляют. Оба раствора последовательно фильтруют на химической воронке через бумажный фильтр «белая лента» в мерную пробирку, вместимостью 10 см^3, и доводят 95 %-м этиловым спиртом до метки. Полученный раствор сливают в грушевидную колбу, вместимостью 25 см^3 и упаривают под вакуумом при температуре 60—70 °С досуха. Сухой остаток растворяют в 1 см^3 элюента и помещают в ультразвуковую баню на 10 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 клофелина (в мкг) в хроматографируемом объеме раствора пробы проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Примечание: фильтрование растворов анализируемых проб проводится для удаления нерастворимых в 95 %-м этиловом спирте вспомогательных веществ, входящих в состав таблеток клофелина.

11. Вычисление результатов измерений

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

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

$а$ – содержание клофелина в хроматографируемом объеме раствора, найденное по градуировочному графику, мкг;

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

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

V – объем 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 $\Delta = 0{,}000018 + 0{,}19C$ ($мг/м^3$), 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 массовых концентраций клофелина, $мг/м^3$	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, $мг/м^3$, ($P = 0{,}95$, $m = 2$)
0,0005—0,0050	$0{,}000018 + 0{,}19C$	$0{,}000025 + 0{,}21C$	$0{,}000069 + 0{,}29C$

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 про-

бы, 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.

$$K = 0{,}000025 + 0{,}21\,C, \text{ (мг/м}^3\text{)}$$

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.

$$D = 0{,}000069 + 0{,}29C, \text{ (мг/м}^3\text{)}$$

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» (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