Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.2243—4.1.2259—07

Выпуск 49

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—224 с.

1. Подготовлены: ГУ НИИ медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьёва, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Н. Л. Гришечко, Г. Ф. Громова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол № 2 от 21.06.2007).

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

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 19.11.09

Формат 60x88/16 Печ. л. 14,0

Тираж 500 экз. Заказ

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5,7

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

© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

Содержание

Введение 5
Измерение массовых концентраций бенз(а)пирена в воздухе рабочей зоны спектрально-флуоресцентным методом: МУК 4.1.2243—07 6
Измерение массовых концентраций 2-бензил-4-хлорфенола (БХФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2244—07 30
Измерение массовых концентраций 2-[4-(1,3-бензодиоксол-5-илметил)-1-пиперазинил]пиримидина (ПИРИБЕДИЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2245—07 43
Измерение массовых концентраций 3-[3-(1,1'-бифенил)-4-ил-1,2,3,4-тетрагидро-1-нафталенил]-4-гидрокси-Н-1-бензопиран-2-она (дифенакум) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии(ВЭЖХ): МУК 4.1.2246—07 53
Измерение массовых концентраций N-[[(гексагидроциклопента[с]пиррол-2(1Н)-ил)амино]карбонил]-4-метилбензенсульфонамида (ГЛИКЛАЗИД) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2247—07 63
Измерение массовых концентраций 3-(аминосульфонил)-4-хлор-N-(2,3-дигидро-2-метил-1Н-индол-1-ил)бензамида (ИНДАПАМИД) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2248—07 74
Измерение массовых концентраций 2-фенилфенола (4-фенилгидроксибензола, орто-фенилфенола, ФФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2249—07 84
Измерение массовых концентраций (±)-цис-1-Ацетил-4-[4-[[2-(2,4-дихлорфенил)-2-(1Н-имидазол-1-илметил)-1,3-диоксолан-4-ил]метокси]фенил]пиперазина (КЕТОКОНАЗОЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2250—07 97
Измерение массовых концентраций тетракарбонила никеля (ТКН) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2251—07 112
Измерение массовых концентраций суммы стероидных сапонинов Юкки Шидигера в воздухе рабочей зоны методом хромато-масс-спектрометрии: МУК 4.1.2252—07 130
Измерение массовых концентраций (±)-N-метил-гамма-[4-(трифторметил) фенокси] бензолпропанамина гидрохлорида (флуоксетин) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2253—07 146

Измерение массовых концентраций поли-1,4β-О-ацетатбутаноат-Д-пиранозил-Д-глюкопиранозы (АЦЕТОБУТИРАТ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ) спектрофотометрическим методом в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2254—07 156

Измерение массовых концентраций N-[2-[(2,6-диметилфенил)амино]-2-оксоэтил]-N,N-диэтил-бензолметанаминийбензоата (бензилдиэтил ((2,6-ксилилкарбомоил)-метил)аммоний бензоата, денатония бензоата, битрекса) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2255—07 166

Измерение массовых концентраций диметилсульфоксида (ДМСО) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2256—07 179

Измерение массовых концентраций 2-(диметиламино)этанола (N,N-диметилэтаноламина), 1,4-диазабицикло [2,2,2]октана (триэтилендиамина) и 2-аминоэтанола (этаноламина) при совместном присутствии их в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом: МУК 4.1.2257—07 190

Измерение массовых концентраций ди-(2-гидроксиэтил)-амина (диэтаноламина) методом газовой хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2258—07 205

Измерение массовых концентраций 3-изотиоцианатпроп-1ена (2-пропенилизотиоцианат, горчичное масло) методом спектрофотометрии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2259—07 215

Введение

Сборник Методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 49) разработан с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочным безопасным уровням воздействия (ОБУВ) и является обязательным при осуществлении санитарного контроля.

Включенные в данный сборник методические указания по контролю вредных веществ в воздухе рабочей зоны разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТ Р 8.563-96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерениий», ГОСТ Р ИСО 5725-(части 1-6) «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Методики выполнены с использованием современных методов исследования, метрологически аттестованы и дают возможность контролировать концентрации химических веществ на уровне и ниже их ПДК и ОБУВ в воздухе рабочей зоны, установленных в гигиенических нормативах ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и ГН 2.2.5.1314-03 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и дополнениях к ним.

Методические указания по измерению массовых концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для 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
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
17 августа 2007 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций (±)-цис-1-Ацетил-4-[4-[[2-(2,4-дихлорфенил)-2-(1Н-имидазол-1-илметил)-1,3-диоксолан-4-ил]метокси]фенил]пиперазина (КЕТОКОНАЗОЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом

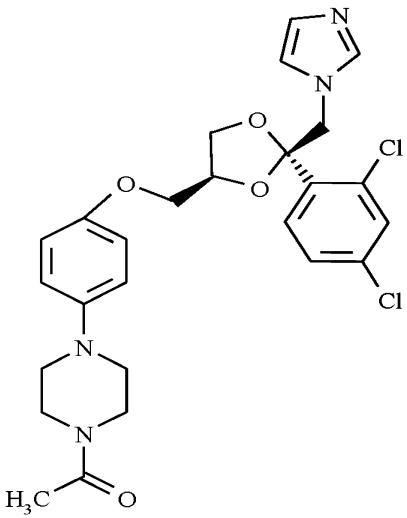
Методические указания
МУК 4.1.2250—07

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химичес-кого анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем кетоконазола спектрофотометри-ческим методом в диапазоне массовых концентраций от 0,25 до 5,0 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула
2.2. Эмпирическая формула $C_{26}H_{28}Cl_2N_4O_4$
2.3. Молекулярная масса 531,44
2.4. Регистрационный номер CAS 65277–42–1



2.5. Физико-химические свойства

Кетоконазол – белый или почти белый кристаллический порошок с температурой плавления выше (148-150) °С. Практически нерастворим в воде и диэтиловом эфире, растворим в этиловом спирте 96 %, 0,1 н водном растворе соляной кислоты, хорошо растворим в дихлорметане, хлороформе, метаноле.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика

Кетоконазол – противогрибковый препарат из группы производных имидазола. Действие препарата связано с нарушением биосинтеза эргостерина, триглицеридов и фосфолипидов, необходимых для образования клеточной мембраны грибов. Кетоконазол оказывает раздражающее действие на кожу, не обладает способностью проникать через неповрежденные кожные покровы, проявляет умеренную кумулятивную активность.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) кетоконазола в воздухе рабочей зоны 0,5 мг/м^3.

3. Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентируемых условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности P = 0,95 не превышают значений, приведенных в таблице 1, для сответствующих диапазонов измерений.

Таблица 1

Метрологические характеристики методики

Диапазон определяемых массовых концентраций кетоконазола в воздухе рабочей зоны, мг/м^3	Наименование метрологической характеристики				
	Доверительные границы суммарной погрешности (точности) δ %, P = 0,95	Доверительные границы неисключен-ной систематической погрешности (правильности), %	Доверительные границы случайной составляющей погрешности (прецизион-ности), %	Норматив оперативного контроля погрешности, (повторяемости) K(r), мг/м^3, (P = 0,90; n = 3)	Норматив оперативного контроля воспроизводимости D(R), мг/м^3, (P = 0,95; n = 2)
0,25—5,0	17	13,7	8,8	-0,0047 + 0,12 C	-0,033 + 0,37 C

4. Метод измерений

Измерения массовых концентраций кетоконазола выполняют методом спектрофотометрии.

Метод определения основан на способности растворов кетоконазола в 0,1 н водном растворе соляной кислоты поглощать УФ-излучение.

Измерение проводят при длине волны 222 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр АФА-ХП-10.

Нижний предел измерения содержания кетоконазола в анализируемом объеме пробы – 10 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации кетоконазола в воздухе – 0,25 мг/м^3 (при отборе 40 дм^3 воздуха).

Метод специфичен в условиях производства таблеток кетоконазола. Определению не мешают аэросил, крахмал картофельный, лактоза, поливинилпирролидон низкомолекулярный, магния стеарат.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Спектрофотометр. Specord M-40, Carl Zeiss.	
Весы лабораторные ВЛА-200	ГОСТ 24104—2001
Аспирационное устройство, ПУ-4Э ЗАО «ХИМКО», № 14531-03 в Государственном реестре средств измерений.	
Фильтродержатели	ТУ 95.72.05—77
Фильтры АФА-ХП-10	ТУ 95-743—80
Цилиндры мерные 3-500	ГОСТ 1770—74
Колбы мерные 2-100-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770—74
Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10	ГОСТ 29227—91
Пробирки мерные с пришлифованными пробками, П-2-10-14/23 ХС	ГОСТ 1770—74
Стаканы химические В-1-25	ГОСТ 25336—82
Бюксы стеклянные, СВ 19/9, СВ 24/10	ГОСТ 25336—82
Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента», диаметр 5,5 см	ТУ 6-09-1678—77
Палочки стеклянные	ГОСТ 25336—82
Ворон Воронки химические, В-30-50 ХС	ГОСТ 25336—82
Кюветы кварцевые с толщиной оптического слоя 10 мм.	
Секундомер	ГОСТ 5072—79
Дистиллятор	ТУ 61-1-721—79

5.2. Реактивы

Кетоконазол с содержанием основного вещества не менее 98,00 % в пересчете на сухое вещество, Фармакопея США, том XX1У, 2000 г.	
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Кислота соляная, 0,1 н водный раствор, фиксанал	ТУ 6-09-2540—87

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 и необходимо иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90.

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

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, имеющие высшее или специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедшие обучение и владеющие техникой спектрофотометрического анализа, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при проведении процедур контроля погрешности анализа.

8. Условия измерений

8.1. Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в стандартных 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 кетоконазола с массовой концентрацией 500 мкг/см^3 готовят растворением 0,0500 г кетоконазола в 0,1 н водном растворе соляной кислоты в мерной колбе, вместимостью 100 см^3. Раствор устойчив в течение месяца при хранении в холодильнике.

9.1.2. Рабочий стандартный раствор кетоконазола № 1 с массовой концентрацией 100 мкг/см^3 готовят разбавлением 20 см^3 основного стандартного раствора 0,1 н водным раствором соляной кислоты в мерной колбе, вместимостью 100 см^3. Раствор устойчив в течение двух недель при хранении в холодильнике.

9.1.3.Рабочий стандартный раствор кетоконазола №2 с массовой концентрацией 20 мкг/см^3 готовят разбавлением 20 см^3 стандартного раствора №1 0,1 н водным раствором соляной кислоты в мерной колбе, вместимостью 100 см^3. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

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 кетоконазола, устанавливают по шести сериям растворов из пяти параллельных определений в каждой серии согласно табл. 2.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении кетоконазола

Номер градуировочного раствора	Объем рабочего стандартного раствора кетоконазола № 1 с массовой концентрацией 100 мкг/см^3, см^3	Объем рабочего стандартного раствора кетоконазола № 2 с массовой концентрацией 20 мкг/см^3, см^3	Объем 0,1 н водного раствора соляной кислоты, см^3	Содержание кетоконазола в градуировочных растворах, мкг
1	0,0	0,0	10,0	0,0
2	0,0	0,5	9,5	10,0
3	0,0	1,0	9,0	20,0
4	0,0	1,5	8,5	30,0
5	0,5	0,0	9,5	50,0
6	1,0	0,0	9,0	100,0
7	2,0	0,0	8,0	200,0

Градуировочные растворы устойчивы в течение суток.

Подготовленные градуировочные растворы перемешивают и через 20 мин измеряют оптические плотности растворов в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 222 нм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (табл. 2, раствор 1). Строят градуировочную характеристику: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс – соответствующие им содержания кетоконазола в мкг.

Проверка градуировочной характеристики проводится 1 раз в квартал или в случае использования новой партии реактивов, оборудования и после ремонта или поверки прибора.

9.4. Отбор проб воздуха

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

Воздух с объёмным расходом 4,0 дм^3/мин аспирируют через фильтр АФА-ХП-10, помещенный в фильтродержатель. Для измерения 1/2 ОБУВ следует отобрать 40 дм^3 воздуха. Пробы можно хранить в бюксах с пришлифованными крышками в течение трех дней.

10. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой переносят в химический стакан, вместимостью 25 см^3, приливают 5 см^3 0,1 н водного раствора соляной кислоты и оставляют на 15 минут, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр тщательно отжимают, раствор сливают в другой стакан. Фильтр повторно обрабатывают 5 см^3 того же растворителя, снова тщательно отжимают и удаляют. Оба раствора последовательно фильтруют на химической воронке через бумажный фильтр «белая лента» в мерную пробирку с пришлифованной пробкой, вместимостью 10 см^3. Степень десорбции вещества с фильтра 97 %.

Оптическую плотность получаемых анализируемых растворов измеряют в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 222 нм по отношению к раствору сравнения, используя фильтр АФА-ХП-10. Раствор сравнения необходимо предварительно профильтровать через фильтр «белая лента».

Количественное определение содержания кетоконазола проводят по предварительно построенной градуировочной характеристике.

Примечание: фильтрование растворов анализируемых проб проводится для удаления нерастворимых в воде вспомогательных веществ, входящих в состав таблеток кетоконазола.

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию кетоконазола (С, мг/м^3) в воздухе рабочей зоны вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a}{V_{20} \cdot K}, \text{ где}$$

a – количество вещества, найденное в анализируемом объеме раствора по градуировочной характеристике, мкг;

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

K – степень десорбции вещества с фильтра, $K = 0{,}97$.

В случае, если полученный результат анализа ниже нижней границы диапазона измерения, то результат следует указать: массовая концентрация кетоконазола менее 0,25 мг/м^3.

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа представляют в виде:

$$C \pm 0{,}01\delta\ C, \text{ мг/м}^3, \quad (P = 0{,}95)\ , \text{ где:}$$

δ – характеристика погрешности (точности) по табл. 1, %.

В случае, если кетоконазол в воздухе рабочей зоны ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация кетоконазола в воздухе рабочей зоны менее 0,25 мг/м^3 (более 5,0 мг/м^3)

13. Контроль результатов измерений

13.1. Контроль правильности

При проведении контроля правильности следует использовать концентрации стандартных растворов, которые входят в серию растворов, используемых при построении градуировочной характеристики.

Образцом для контроля правильности является фильтр АФА-ХП-10, на который наносят 0,1—0,5 см^3 стандартного раствора кетоконазола № 1 в 0,1 н водном растворе соляной кислоты. Принятое опорное значе-

ние содержания кетоконазола в образце для контроля, аттестованное по процедуре приготовления (α_{RM}, мкг) составляет 10—50мкг.

Проводят анализ образца в соответствии с разделом 10 данной методики. Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$LCL \leq \alpha_k \leq UCL, \text{ где:}$$

$\alpha_к$ – значение результата контрольного измерения, мкг;

LCL – нижний предел контроля правильности ($\alpha_{RM} - 0{,}14\ \alpha_{RM}$ мкг);

UCL – верхний предел контроля правильности ($\alpha_{RM} + 0{,}14\ \alpha_{RM}$ мкг);

α_{RM} – принятое опорное значение содержания кетоконазола в образце для контроля, мкг.

При отрицательном результате контроля правильности выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

13.2. Контроль повторяемости

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:

$$|C_3 - C_2 - X| + |2C_2 - C_1| \leq K(r), \text{ где:}$$

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,

$K(r)$, – норматив оперативного контроля погрешности.

$K(r)$, = -0,019 + 0,12 С, мкг/см^3

$K(r)$, = -0,0047 + 0,12 С, мг/м^3.

13.3. Контроль промежуточной прецизионности

Образцом для контроля прецизионности служит экстракт реальной пробы воздуха рабочей зоны, полученный при обработке фильтра.

Выполняют два измерения в условиях промежуточной прецизионности с участием одной лаборатории. Пробы анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения анализа (время между измерениями, оборудование и его калибровка, партии реактивы, оператор и др.) при соблюдении вышеуказанных условий.

$$|C_1 - C_2| \leq D(R), \text{ где:}$$

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(R), – допустимые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы. D(R), = -0,13 + 0,37 С, мкг/см^3

D(R), = -0,033 + 0,37 С, мкг/см^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 1 ч 40 мин.

Методические указания разработаны ОАО «Всероссийский научный центр по безопасности биологически активных веществ» («ВНЦ БАВ»): М. И. Голубева, Л. И. Крымова, А. П. Крымов.

Приложение 1

Приведение объема воздуха к стандартным условиям

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 200 С и давление 101,33 кПа) проводят по формуле:

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

Vt – объем воздуха, отобранный для анализа, дм3;

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

t – температура воздуха в месте отбора пробы, 0С.

Для удобства расчета V20 следует пользоваться таблицей коэффициентов (прилож. 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить Vt на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

	Давление Р, кПа/мм рт. ст.									
t° C	97.33/ 730	97,86/ 734	98.4/ 738	98.93/7 42	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

Авертин – N	230
Ацетобутират целлюлозы	158
Бензилдиэтил((2,6-ксилилкарбомоил)-метил)аммоний бензоат	123
Битрекс	123
БХФ	41
Гликлазид	74
Горичное масло	136
Денатоний бензоат	123
N,N-диметилэтаноламин	96
Дифенакум	64
Диэтаноламин	85
ДМСО	111
Индапамид	7
Кетоконазол	217
Ловастатин	230
Орто-фенилфенол	203
Пирибедил	54
2-Пропенилизотиоцианат	136
Репеллент IR 3535	230
Силилхромат	230
ТКН	185
Триэтилендиамин	96
Феназид	230
4-Фенилгидроксибензол	203
Флуоксетин	147
ФФ	203
Этаноламин	96

Приложение 4

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

Название вещества	Ссылка на опубликованные методические указания
1	2
Авертин N (смесь восьми авермектинов A1a, A2a, B1a, B2a, A1в, A2в, B1в, B2в)	МУК «Измерение массовых концентраций аверсектина С (смесь изомеров) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии», М.,2003, МУК 4.1.1326—03, утв. 16.05.03 г.
Бис(трифенилсилил)хромат (У1) (силилхромат) (в пересчёте на Cr^{6+})	«Методические указания по измерению концентраций железа, марганца, хрома, никеля, магния в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционного спектрального анализа», выпуск 20, М., 1984 г., с. 193, МУ № 3132—84. Пробоподготовка проводится минерализацией силилхромата смесью концентрированных соляной и азотной кислот (3 : 1) и далее в полном соответствии с условиями анализа. Для определения 0,015 мг/м^3 и 0,005 мг/м^3 силилхромата следует отобрать 80 и 244 дм^3 воздуха соответственно.
[S- [1-a(R*), 3-a, 7-β, 8-β(2S*, 4S*), 8a-β]]-1,2,3,7,8,8a-гексагидро-3,7-диметил-8-[2-(тетрагидро-4-гидрокси-6-оксо-2Н-пиран-2 ил)этил]-1-нафталенил 2-метилбутаноат (ловастатин)	«Методические указания по измерению массовых концентраций [1S-[1-a, 3-a, 7-β, 8-β (2S*,4S*), 8a-β]]-1,2,3,7,8,8a-гексагидро-3,7-диметил-8-[2-(тетрагидро-4-гидрокси-6-оксо-2Н-пиран-2-ил)этил]-1-нафталенил 2,2-диметилбутаноата (симвастатин) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии», вып. 42, М., 2006 г., стр. 43, МУК 4.1.1620—03.
Германий тетрафторид (контроль по фтору)	МУК «Измерение массовой концентрации гидрофторида (фтористого водорода) в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом», вып. 40, М., 2006 г., стр. 12, МУК 4.1.1342—03.

Продолжение

1	2
4-пиридинкарбоновой кислоты гидразида комплекса с железом (2^+) сульфат дигидрат (феназид)	Методические указания по спектрофотометрическому измерению массовых концентраций 4-пиридинкарбоновой кислоты гидразида комплекса с железом (2^+) сульфата дигидрата (феназид) в воздухе рабочей зоны», вып. 44 М., г., с. МУК 4.1.1709—03.
Этил-N-бутил-N-ацетил-3-аминопропионат (репеллент 1R 3535)	Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1-гексодецилпиридиний хлорида моногидрата (цетилпиридиний хлорид моногидрат) в воздухе рабочей зоны. МУК 4.1.1716—03, утв. 29.06.03. Вып. 45. В качестве стандарта для построения градуировочной характеристики используется репеллент 1R 3535. Для измерения ½ ПДК репеллента 1R 3535 необходимо отобрать 4 $дм^3$ воздуха. Метод специфичен в условиях приготовления инсектицидных препаратов на основе репеллента 1R 3535.

gost.e-ecolog.ru