Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.1575—4.1.1614—03

Выпуск 38

Москва • 2003

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.1575—4.1.1614—03

Выпуск 38

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний. Вып. 38—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2003.—198 с.

Настоящий сборник содержит копии оригиналов методических указаний по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (МУК 4.1.1575—4.1.1614—03).

Утверждены Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации, Председателем Комиссии по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко в июне 2003 г.

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (сборник 38) разработаны с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочным безопасным уровням воздействия (ОБУВ) – санитарно-гигиеническим нормативам и являются обязательными при осуществлении санитарного контроля.

Включенные в данный сборник 40 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».

Методики выполнены с использованием современных методов исследования, метрологически аттестованы и дают возможность контролировать концентрации химических веществ на уровне и меньше их ПДК и ОБУВ в воздухе рабочей зоны установленных в ГН 2.2.5.686—98 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и ГН 2.2.5.687—98 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

ББК 51.21

© Минздрав России, 2003
© Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2003

МУК 4.1.1575-03

УТВЕРЖДАЮ
Первый заместитель Министра
здравоохранения Российской Федерации -
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации

_____ Г.Г. ОНИЩЕНКО
29 июня 2003 г.

МУК 4.1. 1575-03
Дата введения: с момента утверждения

4.1. Методы контроля. Химические факторы

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по спектрофотометрическому измерению концентрации амилазы в воздухе рабочей зоны

Ферментный препарат амилаза,
(К 3.2.1.1 -α-1,4-глюкан-4-глюканогидролаза).

М.м. 48000.

Представляет собой пушистый порошок сероватого цвета. Оптимальные условия проявления ферментативной активности: pH 6.5-7.5, температура 37°С. Растворима в воде.

Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.

Обладает общетоксическим действием. Мало токсична при различных путях воздействия на организм. Обладает аллергенным действием на организм.

ПДК в воздухе рабочей зоны - 1 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на уменьшении количества (концентрации) окрашиваемого иодом крахмала за счёт гидролиза крахмала амилазой (до декстринов различной молекулярной массы).

Измерение производят при длине волны поглощения окрашенного иодом крахмала - 630-690 нм (красный светофильтр); оптимум - 660 нм. Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр АФА-ВП-10.

Нижний предел измерения содержания амилазы в анализируемом объёме - 25.0 мкг. Нижний предел измерения концентрации в воздухе при отборе 100 л воздуха - 0,5 мг/м^3.

Диапазон измеряемых концентраций 0,5-5,0 мг/м^3.

Суммарная погрешность измерения не превышает $\pm$ 20%.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, не более 1.5 часов.
Определению мешают вещества, поглощением со свето в области 630-690 нм.

Приборы, аппаратура, посуда

- Колориметр фотоэлектрический лабораторный (фотоэлектроколориметр), ГОСТ 12083, обеспечивающий измерения в интервалах длин волн 434 - 450 нм и 630 - 690 нм с погрешностью ±1% абс. (по коэффициенту пропускания) или 0.01 D (по оптической плотности) или спектрофотометр.
- Весы лабораторные ВЛА-200, ГОСТ 24104-88Е.
- Аспирационное устройство, модель 822, ТУ 64-1-862-72.
- Фильтродержатель, ТУ 96-72-05-77.
- Фильтр АФА-ВП-10, ТУ 95-743-80.
- Прибор для измерения pH среды в диапазоне 0-14 с погрешностью измерения ±0.1 pH. рН-2Н; ТУ 25-05-1689-74
- Термостат или ультратермостат, обеспечивающий температуру нагрева 37.0±0.2°С, ГОСТ 20790-75
- Баня водяная, температура 100°С, ГОСТ 64-1-2850-76
- Мешалка магнитная, ТУ 25-11.834-80.
- Термометры с пределами измерения 0-55°С и ценой деления не более 0.1°С, ГОСТ 215.
- Холодильник бытовой. ГОСТ 16317-87
- Стаканчики для взвешивания, ГОСТ 25336.-82Е
- Стаканы вместимостью от 100 до 1000 мл, ГОСТ 25336 - 82Е.
- Колбы типа Кн вместимостью от 50 до 1000 мл. ГОСТ 25336- 82Е.
- Колбы мерные наливные 1 или 2-го исполнения вместимостью 100, 200, 250 и 1000 мл, ГОСТ 1770 - 74Е.
- Воронки типа В, ГОСТ 25336.- 82Е.
- Дозаторы пипеточные П1, объем дозы 0.05 и 0.5 мл. ТУ 64-1-3329.
- Пипетки 1, 2 и 3-го исполнения вместимостью от 0.5 до 20 мл. ГОСТ 29227-91.
- Пробирки П1-21-200, или П1-16-150, или П2-19-180, или П2-16-150(180). ГОСТ 25336- 82Е.
- Бюретка типа 1; 1, 2 или 3-го исполнения, ГОСТ 29227-91.
- Эксикатор, ГОСТ 25336.
- Секундомер, ГОСТ 5072.
- Бумага фильтровальная лабораторная. ГОСТ 12026.

Реактивы, растворы и материалы

- Амилаза, амилолитическая активность 1200 ед. ГОСТ 20264.4-89.
- Крахмал растворимый, ГОСТ 10163.

Ацетат натрия тригидрат, ГОСТ 199-78
Уксусная кислота, ГОСТ 61-75

- Ацетатный буферный раствор, pH 4.7, готовый, ГОСТ 4919.2; возможно приготовление ацетатного буфера из составляющих (см. раздел «Подготовка к измерению», п.3).
- Кислота соляная, концентрированная, уд.вес 1.18, 11.6 М/л, ГОСТ 3118.-77
- Йод, ГОСТ 4159.-79
- Калий йодистый, ТУ 6.-09-3909-75
- Вода дистиллированная, ГОСТ 6709.-72

Все реактивы должны быть марки х.ч. или ч.д.а.

Подготовка к измерению

1.*Приготовление стандартного раствора амилазы, 50 мкг/мл.*

5.0 мг препарата растворяют в небольшом количестве воды, при необходимости тщательно растирая стеклянной палочкой, количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают (получают раствор с концентрацией амилазы 50 мкг/мл). Раствор хранят в течение суток при температуре от 2 до 6°С.

2. *Приготовление градуировочных растворов амилазы.*

Градуировочную характеристику устанавливают с использованием градуировочных растворов (устойчивы в течение 2 часов), которые готовят разбавлением основного раствора амилазы согласно таблице.

Таблица

№ градуировочного раствора	Объем стандартного раствора, мл	Объем разбавляющего дистиллята, мл	Конц-я амилазы, мкг/мл	Содержание амилазы в объеме пробы (5 мл), взятой для анализа, мкг
1	2	3	4	5
1	0.0	10.0	0.0	0.0
2	1.0	9.0	5.0	25.0
3	1.5	8.5	7.5	37.5
4	2.5	7.5	12.5	62.5
5	5.0	5.0	25.0	125.0
6	7.5	2.5	37.5	187.5
7	10.0	0.0	50.0	250.0

3.*Приготовление 1%-го раствора крахмала (субстрат амилазы).*

1.00 г крахмала, взятого с учетом влажности, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют 25 мл воды и перемешивают. Затем добавляют в колбу еще 25 мл воды, помещают колбу в кипящую водяную баню не менее чем на 10-15 мин, непрерывно перемешивая содержимое до полного

растворения крахмала. После этого содержимое колбы охлаждают, добавляют 10 мл ацетатного буферного раствора. Объем жидкости доводят до метки дистиллированной водой. Содержимое колбы перемешивают. Раствор должен быть прозрачным.

Раствор крахмала готовят в день проведения анализа.

4.*Приготовление основного раствора йода, 2.5 мг/мл.*

0.50 г йода и 5.00 г иодистого калия растворяют в бюксе с притертой крышкой в небольшом количестве дистиллированной воды.

Содержимое перемешивают на магнитной мешалке при плотно закрытой крышке бюксы. Раствор после полного растворения йода переносят в мерную колбу с притертой крышкой вместимостью 200 мл и объем доводят дистиллированной водой до метки.

Основной раствор йода хранят в течение 1 месяца в склянке из темного стекла с притертой пробкой.

5. *Приготовление раствора соляной кислоты, 0.5 М/л.*

В мерную колбу (100 мл) наливают примерно 50 мл дистиллята; перемешивая, доливают 4.3 мл концентрированной (11.6 М/л) соляной кислоты; доводят до метки дистиллятом. В герметичной посуде раствор может храниться год.

6.*Приготовление рабочего раствора йода, 0.05 мг/мл.*

2 мл основного раствора йода разводят раствором соляной кислоты концентрацией 0.5 М/л в мерной колбе вместимостью 100 мл. Перед употреблением рабочего раствора проверяют его оптическую плотность в диапазоне длин волн 434-350 (оптимум 442 нм) нм в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 5 мм.

Оптическая плотность (при длине волны 440 нм) рабочего раствора йода должна равняться 0.105±0.01.

В случае отклонения её от этого значения добавляют в раствор несколько капель соляной кислоты или основного раствора йода.

7. *Приготовление ацетатного буфера.*

В мерную колбу вместимостью 100 мл вносят 2.72 г тригидрата ацетата натрия (мол.м. 136.09). Добавляют 25 мл дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения. Добавляют, перемешивая, дистиллированную воду до метки. Получают 0.2 М раствор ацетата натрия.

В мерную колбу вместимостью 100 мл наливают 25 мл дистиллированной воды. Добавляют, перемешивая, 1.28 г концентрированной уксусной кислоты. Добавляют, перемешивая, дистиллированную воду до метки. Получают 0.2 М уксусную кислоту.

В колбу, вмещающую 100 мл, наливают 54 мл 0.2М ацетата натрия и затем 46 мл 0.2М уксусной кислоты. Раствор перемешивают. Получают буферный раствор с pH 4.7.

Проведение измерений и построение градуировочного графика

Гидролиз крахмала.

В две пробирки, наливают по 10 мл раствора крахмала (субстрата) и прогревают в течение 5-10 минут в термостате или водяной бане с температурой 37±0.2 °С. Затем, не вынимая пробирок из термостата, наливают в первую 5 мл дистиллированной воды (холостая проба), во вторую - 5 мл градуировочного раствора (концентрации указаны в таблице: опытная проба). Смеси быстро перемешивают и выдерживают в термостате 30 мин (по секундомеру).

Окрашивание йодом непрогидролизированного крахмала.

Затем из каждой пробирки поочередно отбирают по 0.05 мл раствора и переносят в пробирки с предварительно налитыми 5.0 мл рабочего раствора йода. Содержимое пробирок перемешивают.

Проведение оптических измерений.

Полученные растворы приобретают следующую окраску: контрольный раствор - синий цвет, опытный - фиолетовый различной интенсивности в зависимости от количества непрогидролизованного крахмала.

Через 5-10 мин после смешивания определяют оптическую плотность растворов фотоэлектрическим колориметром в диапазоне длин волн 630-690нм (оптимум 660 нм) в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 5.0 мм.

Колориметрирование опытной и холостой проб ведут на фоне дистиллированной воды; определяют соответствующие оптические плотности $Д_0$ и $Д_х$.

Построение градуировочного графика.

Строят калибровочный график, где по оси абсцисс располагают содержание фермента в пробе (5-я графа в таблице), взятой для анализа, а по оси ординат – разность $Д_х - Д_0$; график строят по средним значениям разности оптических плотностей для каждой концентрации. На каждую концентрацию производят по 5 параллельных определений.

Проверку градуировочного графика проводят, каждый раз при смене реактивов, оборудования или приборов, и не реже, чем 1 раз в месяц.

Определение концентрации амилазы в воздухе рабочей зоны

Отбор проб воздуха

Пробы воздуха с объемным расходом 10 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10. Для определения 0.5 ПДК амилазы необходимо отобрать 100 л воздуха. Срок хранения отобранных проб в холодильнике до 1 суток.

Экстракция амилазы с фильтра.

Фильтр с отобранной пробой помещают в пробирку и приливают пипеткой 5.0 мл дистиллированной воды. Периодически встряхивая, выдерживают раствор в течение 5 мин и сливают в другую пробирку. Аналогичным образом проводят повторную экстракцию с фильтра и объединяют растворы. Общий объем элюата составляет 10.0 мл.

Проведение измерения.

Проведение измерений проводят точно так же, как и при установлении градуировочного графика, отбирая на анализ 5 мл из общего объема элюата. При этом находят значения $D_x - D_o$, соответствующие данному образцу воздуха.

Если значения оптической плотности выходят за пределы рабочей зоны градуировочного графика амилазы ($D_x - D_o$ = 0.050..0.450), то опыт необходимо повторить с раствором, имеющим большее или меньшее содержание ферментного препарата.

расчет концентраций

Определение содержания амилазы в анализируемой пробе.

Количественное определение содержания амилазы в пробе, взятой для анализа (объемом 5 мл), проводят по предварительно построенному калибровочному графику, определяя соответствие разности $D_x - D_o$ содержанию амилазы в пробе (5-я графа таблицы).

Вычисление содержания амилазы в воздухе рабочей зоны.

Концентрацию амилазы в воздухе (C_{AB}) вычисляют по формуле:

$$C_{AB} = \frac{а \cdot в}{б \cdot V} \text{ (мг/м}^3\text{), где:}$$

а – содержание амилазы в объеме пробы, взятой для анализа (мкг);

б – объем пробы, взятой для анализа (мл);

в – общий объем элюата (мл);

V - объем воздуха (л), отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (см.Приложение 1).

МУК 4.I.

Приложение I

Приведение объёма воздуха к стандартным условиям (температура 20°С и давление 760 мм рт.ст.) проводят по формуле:

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

V_t – объём воздуха, отобранный для анализа, л;

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

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

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

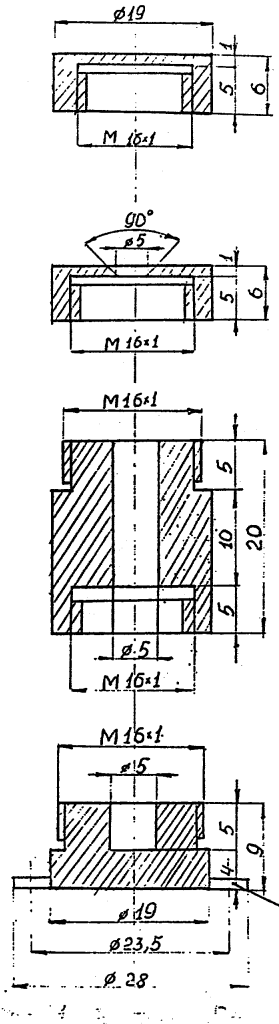
Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°С	Давление Р, кПа/мм рт.ст.									
	97,33/ 730	97,66/ 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	1,2056	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	1,1456	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1216	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	1,0936	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	0,9763	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
+36	0,9049	0,9099	0,9149	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Рисунок I

Пассивный дозиметр Р-I



I - сплошная крышка

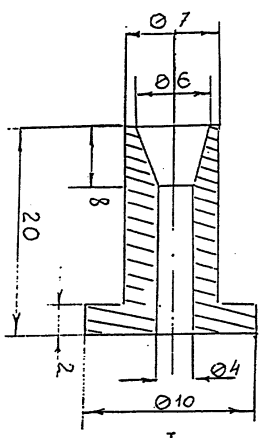
2- крышка с диффузным отверстием

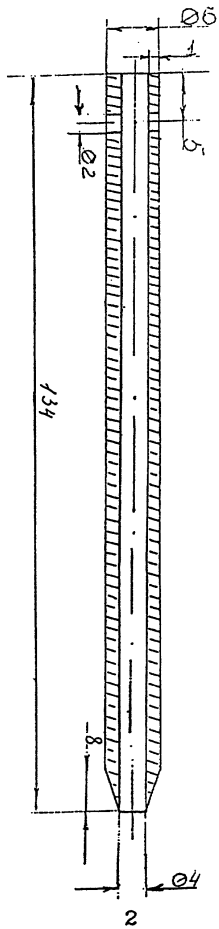
3 - диффузная камера

4 - камера для сорбента

Рисунок 2

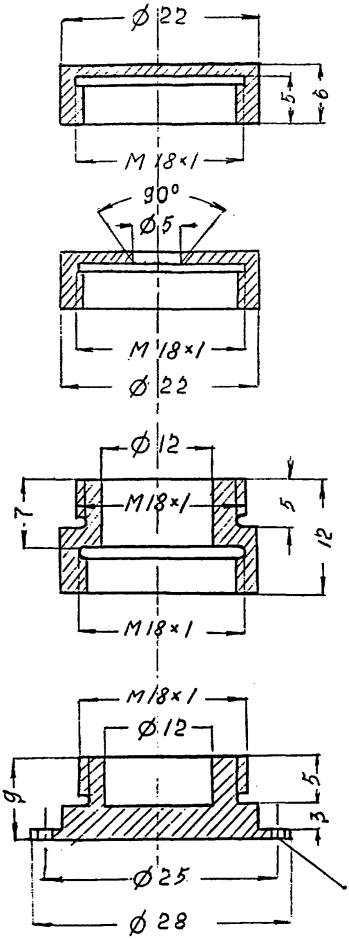
Устройство для концентрирования и ввода проб





I-пята , 2-концентрационная трубка

Пассивный дозиметр Р-4



I – сплошная крышка
2 – крышка с диффузным отверстием
3 – диффузная камера
4 – камера для сорбента

Материал для изготовления дозиметра – дюраль или нержавеющая сталь.

Приложение 6.

Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ.

	Стр.
Белая магнезия	87
Бромгексин	9
Бура	I4I
Гидразинобензол солянокислый	I5I
Глибенкламид	I55
Диэтиламинопропиламин	77
Иминодибензил	30
Лидокаин	46
Метаран	50
МЦ-I00	I02
Масло "Турбомас"	73
Неопентилгликоль	68
Нимодипин	59
Нитрендипин	54
Нитроглицерин	I3I
Оксипропилметилцеллюлоза	2I
Ондансетрон	I45
Ранитидин гидрохлорид	35
Реагент ААК или Таллактам	II8
СМБА	I37
Сульфаметоксазол	I2,I5
Тамоксифен основание	40
Тамоксифен цитрата	40
Тиаприд	82
Триметоприм	27
Хладон-I4	I48
Ципрофлоксацин гидрохлорида моногидрат	I64
Экосорб	I08
Эналаприла малеат	I76
Этиниловый спирт	I8I

МУК 4.I.

Приложение 7.

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

Наименование вещества	Методические указания
I. Ароматизатор из мяты перечной I6433	МУ по газохроматографическому измерению концентраций ментола (/ - 2-изопропил-5-метициклогексанола) в воздухе рабочей зоны. Вып.30. М. 2000, с.I89 , МУК 4.I.240-96.
2. Ванадий-алюминиевая лигатура	Измерение концентрации ванадия методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии. Сб. "МУ по определению вредных веществ в сварочном аэрозоле". М. I992 г., стр.67, МУ № 4945-88.
3. Мультиинзимная композиция МЭК-СХ-I	МУ по спектрофотометрическому измерению концентраций амилазы в воздухе рабочей зоны. Вып. 38.
4. Мультиинзимная композиция МЭК-СХ-2	МУ по спектрофотометрическому измерению концентрации целлюлазы в воздухе рабочей зоны. Вып. 38.
5. Опаспрей белый	МУ по газохроматографическому измерению метилового спирта в воздухе рабочей зоны. Вып.I9, М.I984, стр.I02, МУ

Наименование вещества	Методические указания
	№ 2902-83.
6. Опаспрей жёлтый	МУ по газохроматографическому измерению метилового спирта в воздухе рабочей зоны. Вып.I9, М.I984, стр.I02, МУ № 2902-83.
7. Пыль периклазохромитовых и хромитопериклазовых огнеупорных изделий	МУ на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок. Вып.I-5, М.I98I, стр.235, МУ № I7I9-77.
8. Хладон СМ-I	МУ по газохроматографическому измерению концентраций I,I,I,2--тетрафторэтана в воздухе рабочей зоны. Вып.35, МУК 4.I.860-99 утв. 30.I2.99 г.
9. Биовит-I60	МУ по фотометрическому измерению концентраций хлортетрациклина в воздухе рабочей зоны. Вып. II переработ., М.I992, стр.I49. № 5866-9I.
I0. М0624М смесь (смесь четвертичных аммониевых соединений)	МУ по фотометрическому измерению концентраций диалкилдиметиламмоний хлорида (C_{I7}-C_{20}) и алкилбензилдиметиламмоний хлорида (C_{I0}-C_{I6})-дон-2, диалкилламинопропионитрила (C_7-C_9)-ибхангаз, алкилтриметиламмоний хлорида (C_{I0}-C_{I6}), дон-52 в воздухе рабочей зоны. Вып.25, М.,I989, стр.49,МУ№4905-88.

Приложение 3.

Расчёт характеристик погрешности на основе данных, приведенных в НТИ ГХА.

Приведено в НТИ	Принятые предположения	Расчёт составляющей погрешности
Δ (информация о структуре погрешности отсутствует)	Δ_c - незначимо	$\sigma(\hat{\Delta}) = \Delta / 1{,}96$

Δ - характеристика результатов ХХА (суммарная погрешность).

Δ_c - характеристика систематической составляющей погрешности.

$\sigma(\hat{\Delta})$ - характеристика случайной составляющей погрешности.

Расчёт норматива оперативного контроля погрешности (точности) МВИ КХА.

№	Алгоритм оперативного контроля	ВИД КОНТРОЛЯ		Принятые обозначения
		Внутренний оперативный контроль	Внешний контроль по схеме оперативного контроля	
1	С применением образцов для контроля (ОК)	$\lvert K_{кс}\rvert = \lvert X - C\rvert < K$		$K_{кс}$-результат контрольной процедуры; X-результат анализа пробы; C-аттестованное значение ОК, K-норматив оперативного контроля
		$K = 0{,}84\,\Delta$	$K = \Delta$	
		где Δ - характеристика погрешности, соответствующая содержанию компонента в ОК		
2	С применением метода добавок	$\lvert K_{кс}\rvert = \lvert X' - X - C\rvert < K$		$K_{кс}$-результат контрольной процедуры; $\bar{X}$-результат анализа пробы без добавки; $\bar{X}'$-результат анализа пробы с добавкой; C-величина добавки K-норматив оперативного контроля
		$K = 0{,}84\sqrt{(\Delta_{\bar{X}'})^2 + (\Delta_{\bar{X}})^2}$	$K = \sqrt{(\Delta_{\bar{X}'})^2 + (\Delta_{\bar{X}})^2}$	
		где $\Delta_{\bar{X}'}$ ($\Delta_{\bar{X}}$) - характеристика погрешности, соответствующая содержанию компонента в пробе с добавкой (пробе без добавки)		
3	С применением метода разбавления	$\lvert K_{кс}\rvert = \lvert KX' - X\rvert < K$		$X_{кс}$-результат контрольной процедуры; $\bar{X}$-результат анализа рабочей пробы; $\bar{X}'$-результат анализа разбавленной пробы K-коэффициент разбавления; K-норматив оперативного контроля
		$K = 0{,}84\sqrt{R^2(\Delta_{\bar{X}'})^2 + (\Delta_{\bar{X}})^2}$,	$K = \sqrt{R^2(\Delta_{\bar{X}'})^2 + (\Delta_{\bar{X}})^2}$	
		где $\Delta_{\bar{X}'}$ ($\Delta_{\bar{X}}$) - характеристика погрешности, соответствующая содержанию компонента в разбавленной пробе (рабочей пробе) соответственно		
4	С применением другой (контрольной) методики	$\lvert K_{кс}\rvert = \lvert X - X_{кс}\rvert < K$		$K_{кс}$-результат контрольной процедуры; $\bar{X}$ - результат анализа пробы по контролируемой методике анализа; $X_{кс}$ - результат анализа пробы по контрольной методике анализа; K-норматив оперативного контроля
		$K = 0{,}84\sqrt{(\Delta_{\bar{X}_{кс}})^2 + (\Delta_{\bar{X}})^2}$	$K = \sqrt{(\Delta_{\bar{X}_{кс}})^2 + (\Delta_{\bar{X}})^2}$	
		где $\Delta_{\bar{X}_{кс}}$ ($\Delta_{\bar{X}}$) - характеристика контрольной (контролируемой) методики, соответствующая содержанию компонента в пробе		

Оперативный контроль погрешности (точности) проводят в одинаковых условиях, т.е. результаты анализа получает один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т.д.

Приложение 10.

Расчёт норматива внутрилабораторного оперативного контроля (ВОК) воспроизводимости КХА ХХА.

ВОК воспроизводимости проводят с использованием рабочих проб путём сравнения результата контрольной процедуры, равного расхождению двух результатов ХХА (x_1 и x_2) содержания компонента в одной и той же пробе, с нормативом ВОК воспроизводимости Д.

$$\bar{x}_1 - \bar{x}_2 \leqslant Д.$$

Норматив ВОК воспроизводимости рассчитывают по формуле:

$$Д = Q(P, m)\,\sigma(\Delta)$$

где $\sigma(\Delta)$ – показатель воспроизводимости (характеристика случайной составляющей погрешности, соответствующая среднему содержанию компонента в пробе):

$$\bar{x}_{ср} = \frac{\bar{x}_1 + \bar{x}_2}{2},$$

$Q(P, m) = 2{,}77$ при $m = 2$, $P = 0{,}95$.

При осуществлении ВОК воспроизводимости отбирают две пробы, объём которых равен объёму, необходимому для проведения анализа по методике, и анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения анализа, т.е. получают два результата анализа, используя разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов. В работе должны участвовать два аналитика.

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

МУК 4.1.1575 —
4.1.1614 — 03

СОДЕРЖАНИЕ

I. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентрации амилазы в воздухе рабочей зоны
(РГМУ, г.Москва) МУК 4.1.1575 — 03 3

2. Методические указания по измерению концентраций N -(2-амино-3,5-дибромбензил)-N-метилциклогексиламина гидрохлорида (бромгексина) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии
(РГМУ, г.Москва) МУК 4.1. 1576 — 03.... 9

3. Методические указания по измерению концентраций 4- амино-N -(5-метил-3-изоксазолил)-бензолсульфонамида (сульфаметоксазола) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии
(РГМУ, г.Москва) МУК 4.1.1577-03... I2

4. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 4-амино-N-(5-метил-3-изоксазолил)бензолсульфонамида (сульфаметоксазола) в воздухе рабочей зоны
(ВНЦ БАВ, г.Москва) МУК 4.1.1578 — 03 .... I5

5. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций гидроксипропилметилцеллюлозы (оксипропилметилцеллюлозы) в воздухе рабочей зоны
(ВНЦ БАВ, г.Москва) МУК 4.1.1579 — 03 .... 2I

6. Методические указания по измерению концентрации 2,4-диамино-5-(3',4',5'-триметоксибензил)-пиримидина (триметоприма) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии
(РГМУ, г.Москва) МУК 4.1. 1580 — 03 27

7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций [I0,II-дигидро-5-Н-дибенз (b ,f)] азепина (иминодибензила) в воздухе рабочей зоны
(ВНЦ БАВ, г.Москва) МУК 4.1.1581 — 03 30

8. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций N- 2- [(5-(диметиламино)метил]-фуранил]метил]тио]этил]-N'-метил-2-нитро-I,I-этилендиамина гидрохлорида (ранитидина гидрохлорида) в воздухе рабочей зоны
(ВНЦ БАВ, г.Москва) МУК 4.1.1582 — 03 35

9. Методические указания по измерению концентраций 2 -[4 - (1,2-Дифенил-1-бутенил)ренокси] -N,N -диметилэтанамина- (Z) 2-гидрокси - 1,2,3 - пропантрикарбоксилата (тамоксифен цитрат) и 2 - [4 - (1,2 - Дифенил-1-бутенил)фенокси] -N,N -диметилэтанамина (тамоксифен основания) в воздухе рабочей зоны методо высокоэффективной жидкостной хроматографии.
(ВНЦ ЗАВ, г.Москва) МУК 4.1.1583-03... 40

10. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 2,6-диметил-N-диэтиламиноацетанилида гидрохлорида (лидокаина) в воздухе рабочей зоны
(Латвийская медицинская академия, г.Рига) МУК 4.1.1584-03... 46

11. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 0,0-диметилметилфосфоната (метаран) в воздухе рабочей зоны
(СЭС, г.Волгоград) МУК 4.1.1585-03... 50

12. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 2,6-диметил-3-метоксикарбонил-4-(3-нитрофенил)-5-этоксикарбонил-1,4-дигидропиридина (нитрендипина) в воздухе рабочей зоны
(НИИ ГТ и ПЗ, г.Санкт-Петербург) МУК 4.1.1586-03.... 54

13. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 2,6-диметил-3-(2 метоксиэтоксикарбонил)-4-(3-нитрофенил)-5-изопропоксикарбонил-1,4-дигидропиридина (нимодипина) в воздухе рабочей зоны
(НИИ ГТ и ПЗ, г.Санкт-Петербург) МУК 4.1.1587-03... 59

14. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диметилового эфира в воздухе рабочей зоны
(УкрНИИгинтокс, г.Киев) МУК 4.1.1588-03.... 64

15. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 2,2-диметил-пропандиола-1,3 (неопентилгликоля) в воздухе рабочей зоны
(НПЦ "Экос", г.Москва) МУК 4.1.1589-03... 68

16. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций дифенил - (п-третбутилфенил)фосфата (основного компонента масла "Турбомас") в воздухе рабочей зоны
(НИИ ГТ и ПЗ, г.Санкт-Петербург) МУК 4.1.1590-03 73

МУК 4.1.1575-4.1.1614-03

17. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 3-диэтиламино-пропил-амина-I (диэтиламинопропиламина) в воздухе рабочей зоны
(НПЦ "Экос", г.Москва) МУК 4.1.1591-03 77

18. Методические указания по экстракционно-фотометрическому измерению концентраций N-[2-(диэтиламино)-этил] -2-метокси-5-(метилсульфонил)-бензамида гидрохлорида (тиаприд) в воздухе рабочей зоны
(НИХФИ, г.Новокузнецк) МУК 4.1.1592-03 82

19. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций магния углекислого основного (белая магнезия) в воздухе рабочей зоны
(ВНЦ БАВ, г.Москва) МУК 4.1.1593-03 87

20. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилметакрилата в воздухе рабочей зоны с применением для отбора пассивных дозиметров Р-I МУК 4.1.1594-03
(Нижегородский НИИ гигиены и профпатологии г.Н-Новгород)....92

21. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилметакрилата в воздухе рабочей зоны с применением для отбора пассивных дозиметров Р-4 МУК 4.1.1595-03
(Нижегородский НИИ гигиены и профпатологии,г.Н-Новгород)....97

22. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций метилцеллюлозы водорастворимой (МЦ-100) в воздухе рабочей зоны
(ВНЦ БАВ, г.Москва) МУК 4.1.1596-03.... 102

23. Методические указания по газохроматографическому измернию концентрации смеси метоксигликолей (ди-, три-, тетрагликолей) (экосорба) в воздухе рабочей зоны
(НИИ гигиены, профпатологии и эколгии человека, Ленинградская область) МУК 4.1.1597-03 108

24. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций надуксусной кислоты в воздухе рабочей зоны
(НИИ гигиены, профпатологии и экологии человека, Ленинградская область) МУК 4.1.1598-03 114

25. Методические указания по измерению концентраций натриевой соли 6-амино-гексановой кислоты и натриевой соли 6-аминогексановой кислоты, ацилированной высшими кислотами (реагент ААК или Таллактам), в воздухе рабочей зоны методом бумажной хроматографии
(Мосгорцентр Госсанэпиднадзора, г.Москва) МУК 4.1.1599-03.. 118

МУК 4.I.1575-4.1.1674-03

25. Методические указания по измерению концентраций октафторпропана в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии (РГМУ, г.Москва) МУК 4.1.1600 — 03... I23

27. Методические указания по измерению концентрации ортофосфористой и ортофосфорной кислот в воздухе рабочей зоны методом ионной хроматографии (РГМУ, НПЦ "Экос", г.Москва) МУК 4.1.1601 — 03.... I25

28. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций Пропан-I,2,3-триола тринитрата (нитроглицерина) в воздухе рабочей зоны (ВНЦ БАВ, г.Москва) МУК 4.1.1602- 03... I3I

29. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций сульфата 3-броманилина (СМБА) в воздухе рабочей зоны (НИХФИ, г.Новокузнецк) МУК 4.1. 1603-03.. I37

30. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций тетрабората натрия (бура) в воздухе рабочей зоны (Донецкий мединститут, г.Донецк) МУК 4.1.1604-03.. I4I

3I. Методические указания по измерению концентрации I,2,3,9-тетрагидро-9-метил-3-[(2-метил-IH-имидазол-I-ил)метил]-4H-карбазол-4-она хлоргидрата дигидрата (ондансетрона) в воздухе рабочей зоны методом жидкостной хроматографии (РГМУ, г.Москва) МУК 4.1.1605-03... I45

32. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций тетрафторметана (хладона-I4) в воздухе рабочей зоны (НИИ гигиены,профпатологии и экологии человека, Ленинградская область) МУК 4.1.1606 —03 .... I48

33. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций фенилгидразина солянокислого (гидразинобензол солянокислый) в воздухе рабочей зоны (М.п."Экологический центр, НИИБП, г.Москва) МУК 4.1.1607-03...I5I

34. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций N -{4-[2-(5-хлор-2-метоксибензамидо)-этил]-бензол-сульфонил}-N'-циклогексилмочевины (глибенкламид) в воздухе рабочей зоны (НИХФИ, г.Новокузнецк) МУК 4.1.1608 —03... I55

МУК 4.1.1575-4.1.1614-03

35. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентрации целлюлазы в воздухе рабочей зоны
(РГМУ, г.Москва) МУК 4.1.1609-03. 159

36. Методические указания по измерению концентрации ципрофлоксацина гидрохлорида моногидрата в воздухе рабочей зоны методом жидкостной хроматографии
(ВНЦ БАВ, г.Москва) МУК 4.1.1610-03... 164

37. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций этилового эфира α-бромизовалериановой кислоты в воздухе рабочей зоны МУК 4.1.1611-03
(Донецкий государственный медицинский институт,г.Донецк).. 168

38. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 17α-этинилэстратриен-1,3,5(10)-диола-3,17В (этинилэстрадиол) в воздухе рабочей зоны
(ВНЦА-ВНИИЛ, г.Москва) МУК 4.1.1612-03... 172

39. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций (S)-1-{N-[1-(Этоксикарбонил)-3 фенилпропил]-L-аланил}-L-пролина малеат (1:1) (эналаприла малеат) в воздухе рабочей зоны
(ВНЦ БАВ, г.Москва) МУК 4.1.1613-03 176

40. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 1-(-2-этоксиэтил)-4-этинил-4-оксипиперидина (этиниловый спирт) в воздухе рабочей зоны
(НИХФИ, г.Новокузнецк) МУК 4.1.1614-03 181

Приложение 1 Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 20°С и давление 760 мм рт.ст.) 185

Приложение 2 Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям 186

Приложение 3 Рисунок №1. Пассивный дозиметр Р-1 187

Приложение 4 Рисунок №2. Устройство для концентрирования и ввода проб 188

Приложение 5 Рисунок №3. Пассивный дозиметр Р-4 189

Приложение 6 Указатель основных синонимов, технических,торговых и фирменных названий веществ 190

Приложение 7 Вещества, определяемые по ранее утвержденным Методическим указаниям 191

Приложение 8. Расчёт характеристик погрешности на основе данных, приведенных в МВИ ХХА . . . 192а

Приложение 9. Расчёт норматива оперативного контроля погрешности (точности) МВИ ХХА . . . 192б

Приложение 10. Расчёт норматива оперативного контроля (ВОК) воспроизводимости МВИ ХХА . . . 192в

gost.e-ecolog.ru