Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний МУК 4.1.3137—13, 4.1.3138—13, 4.1.3140—13

Выпуск 54

Издание официальное

Москва • 2014

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 4.1.3137—13, 4.1.3138—13, 4.1.3140—13

Выпуск 54

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014.—40 с.

ISBN 978—5—7508—1284—4

1. Подготовлены ФГБУ «Научно-исследовательский институт медицины труда» РАМН (Л. Г. Макеева, Н. С. Горячев, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун).

2. Разработаны: ГБОУ ВПО РНИМУ им. Н. И. Пирогова Минздрава России (Н. Г. Иванов); ОАО «ВНЦ БАВ» (М. И. Голубева, Л. И. Крымова); ОАО «Фармстандарт Томскхимфарм» (С. А. Еникеева, Ю. Н. Шубенкина).

3. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 29 октября 2013 г., № 3).

4. Утверждены врио руководителя Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главного государственного санитарного врача Российской Федерации А. Ю. Поповой 20 ноября 2013 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

Редактор Л. С. Кучурова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 4.04.14

Формат 60x88/16 Печ. л. 2,5

Тираж 200 экз. Заказ 32

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 и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 8(495)952-50-89

© Роспотребнадзор, 2014
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2014

Содержание

Введение 4
Измерение массовой концентрации бис[1-оксипиридин-2(1Н)-тионата] цинка (пиритион цинк) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии 5
Измерение массовой концентрации (R)-3-гидрокси-альфа-[(метиламино)метил]бензометанола гидрохлорида (фенилэфрина гидрохлорид) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) 15
Измерение массовой концентрации N,N-диметилимидодикарбонимид-диамида гидрохлорида (метформина гидрохлорид) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии 27
Приложение 1. Приведение объёма воздуха к стандартным условиям 37
Приложение 2. Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям 38
Приложение 3. Указатель основных синонимов названий веществ 39
Приложение 4. Вещества, определяемые по ранее утверждённым методическим указаниям по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны 40

Введение

Сборник методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 54) 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 12.1.016—79 «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ» с изм. 1, ГОСТ 12.1.005—88 ССБТ «Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» с изм. 1, ГОСТ Р 8.563—09 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений», ГОСТ Р ИСО 5725—2002 «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 ГН 2.2.5.1313—03 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и ГН 2.2.5.2308—07 «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 лабораторий «ФБУЗ ФЦГиЭ», 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
Врио руководителя Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главного государственного санитарного
врача Российской Федерации
А. Ю. Попова
20 ноября 2013 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовой концентрации (R)-3-гидрокси-альфа-[(метиламино)метил]бензометанола гидрохлорида (фенилэфрина гидрохлорид) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ)

Методические указания МУК 4.1.3138—13

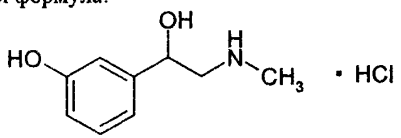
Свидетельство о государственной метрологической аттестации № 01.00225/205-7-12.

Настоящие методические указания устанавливают порядок применения метода высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) для измерения массовой концентрации фенилэфрина гидрохлорида в воздухе рабочей зоны в диапазоне массовых концентраций 0,25—3,0 мг/м^3.

Методические указания носят рекомендательный характер.

Название действующего вещества по ИЮПАК: фенилэфрина гидрохлорид.

Структурная формула:



Эмпирическая формула: $C_9H_{13}NO_2 \cdot HCl$.

Молекулярная масса: 203,67.

Регистрационный номер CAS: 61-76-7.

Фенилэфрина гидрохлорид – белый или почти белый кристаллический порошок без запаха, горького вкуса, с температурой плавления 140—145 °С. Легко растворим в воде, спирте этиловом 96 %-м, 0,1 %-м водном растворе о-фосфорной кислоты.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

Фенилэфрина гидрохлорид относится к адреномиметическим препаратам, оказывает симпатомиметическое, вазоконстрикторное, мидриатическое и кардиотоническое действие. Умеренно опасен при введении в желудок, малотоксичен при введении в брюшную полость, оказывает местное раздражающее действие на слизистые оболочки и кожу, обладает способностью проникать через кожные покровы. При ингаляции оказывает влияние на ЦНС, ССС, функцию печени и почек.

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

1. Погрешность измерений

При соблюдении всех регламентных условий и проведении анализа в точном соответствии с прописью методика обеспечивает выполнение измерений массовой концентрации фенилэфрина гидрохлорида с метрологическими характеристиками, не превышающими значения, представленные в табл. 1 (при доверительной вероятности $P = 0,95$).

Таблица 1

Метрологические параметры

Диапазон измерений массовой концентрации фенилэфрина гидрохлорида, мг/м^3	Показатель точности (границы относительной погрешности), ±δ, % при $P = 0,95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, %, $P = 0,95$, $n = 2$	Критическая разность для результатов анализа, полученных в двух лабораториях, $CD_{0,95}$, % ($n_1 = n_2 = 2$)
От 0,25 до 3,00 вкл.	25	5	7,5	14	18

2. Метод измерений

Измерение массовой концентрации фенилэфрина гидрохлорида выполняют методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ) с ультрафиолетовым спектрофотометрическим (УФ) детектированием. Метод основан на разделении фенилэфрина гидрохлорида и дру-

гих компонентов анализируемой смеси на хроматографической колонке, заполненной сорбентом с последующей регистрацией фенилэфрина гидрохлорида с помощью ультрафиолетового детектора. Сигнал детектора прямо пропорционален концентрации фенилэфрина гидрохлорида.

Измерение проводят при длине волны 216 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на аналитические аэрозольные фильтры.

Нижний предел измерения содержания фенилэфрина гидрохлорида в анализируемом объеме раствора пробы – 0,05 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации фенилэфрина гидрохлорида в воздухе 0,25 мг/м^3 (при отборе 200 дм^3 воздуха).

Метод специфичен в условиях приготовления препаративных форм на основе фенилэфрина гидрохлорида. Измерению не мешают сопутствующие вещества, входящие в состав таблеток Максиколд® – активные компоненты: парацетамол, аскорбиновая кислота и вспомогательные вещества: кроскармеллоза натрия, кальция гидрофосфат, этилцеллюлоза, гидроксипропилцеллюлоза, магния стеарат, тальк.

3. Средства измерений, реактивы, вспомогательные устройства и материалы

3.1. Средства измерений

Хроматограф жидкостный с градиентной системой элюирования, автосэмплером, ультрафиолетовым детектором и термостатом колонки	
Весы лабораторные 2-го класса точности, с наибольшим пределом взвешивания 200 г, диапазон взвешивания по шкале 1—100 мг, цена деления шкалы 1 мг, погрешность взвешивания по шкале ± 0,15 мг	ГОСТ OIML R 76-1—11
Набор гирь	ГОСТ OIML R 111-1
Аспирационное устройство двухканальное с диапазоном расхода 2,0—20,0 дм^3/мин и пределом допустимой погрешности ± 5 %	ТУ 4215-000-11696625—03
Колбы мерные, 2-50-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770—74
Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-5, 1-1-2-10	ГОСТ 29227—91
Пробирки мерные с пришлифованными пробками	ГОСТ 1770—74
Цилиндры мерные, 3-500	ГОСТ 1770—74
Иономер лабораторный с пределом pH от –1 до +19 ед.	ГОСТ 22261—76

Примечание. Допускается использование средств измерений с аналогичными или лучшими характеристиками.

3.2. Реактивы

Фенилэфрина гидрохлорид с содержанием основного вещества не менее 98,5 % в пересчете на сухое вещество, НД 42-13814-05	
Ацетонитрил, осч	ТУ 6-09-14-2167—84
О-фосфорная кислота, хч, 85 %-й раствор, плотность ρ = 1,698 г/см^3	ГОСТ 6552—80
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Вода, осч	ТУ 6-09-2502—77
Калия фосфат однозамещенный, чда	ГОСТ 4198—75
Состав элюента А: водный раствор калия фосфата однозамещенного с pH 3,0	
Состав элюента Б: смесь ацетонитрила и элюента А в соотношении 1 : 1 по объему	

Примечание. Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией.

3.3. Вспомогательные устройства и материалы

Колонка аналитическая размером 150 × 3,0 мм с защитной предколонкой размером 10 × 3,9 мм, заполненная обращённо-фазным сорбентом с привитыми монофункциональными полярными группами С 8, размером частиц 5,0 мкм	
Аналитические аэрозольные фильтры гидрофильные на основе ацетилцеллюлозы (фильтры)	ТУ 95-1892—89
Фильтродержатели	ТУ 95.72.05—77
Мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм	ТУ 9471-002-10471723—03
Бюксы стеклянные	ГОСТ 25336—82
Палочки стеклянные	ГОСТ 25336—82
Воронки химические	ГОСТ 25336—82
Дистиллятор	ГОСТ Р 50444
Шкаф сушильный	ТУ 61-1-721—79

Примечание. Допускается применение оборудования с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.

4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007—76, 12.1.005—88 (с изм. 1).

4.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ должны соблюдаться требования противопожарной безопасности по ГОСТ

12.1.004—91. Должны быть в наличии средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90. Необходимо провести обучение работающих правилам безопасности труда согласно ГОСТ 12.0.004—90.

4.3. При выполнении измерений с использованием жидкостного хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—09 и инструкцией по эксплуатации прибора.

4.4. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленные ГН 2.2.51313—03 и 2.2.5.2308—07.

5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускается специалист, имеющий высшее образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедший обучение и владеющий техникой анализа методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ), освоивший метод анализа в процессе тренировки и уложившийся в нормативы оперативного контроля при проведении процедур контроля погрешности анализа.

6. Условия измерений

6.1. Процессы приготовления растворов и подготовку проб к анализу проводят в следующих условиях:

– температура воздуха	(20 ± 5) °С;
– атмосферное давление	(84—106) кПа;
– относительная влажность воздуха, не более	80 %.

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

7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: подготовка посуды, приготовление растворов, подготовка жидкостного хроматографа, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

7.1. Подготовка посуды

Стеклянную посуду несколько раз промывают водопроводной водой, заливают хромовой смесью и выдерживают 1 ч. После этого посуду извлекают из хромовой смеси, ополаскивают несколько раз водопроводной водой, затем дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу. Чистую посуду хранят в закрытом виде.

7.2. Приготовление растворов

7.2.1. *Основной стандартный раствор фенилэфрина гидрохлорида с массовой концентрацией 1 000 мкг/см³* готовят растворением (0,05000 ± + 0,00015) г фенилэфрина гидрохлорида в 0,1 %-м растворе ортофосфорной кислоты в мерной колбе вместимостью 50 см³. Раствор используют свежеприготовленный. Растворы устойчивы в течение 1 ч.

7.2.2. *Рабочий стандартный раствор фенилэфрина гидрохлорида № 1 с массовой концентрацией 100 мкг/см³* готовят разбавлением 5,0 см³ основного стандартного раствора фенилэфрина гидрохлорида 0,1 %-м раствором о-фосфорной кислоты в мерной колбе вместимостью 50 см³. Раствор используют свежеприготовленный. Растворы устойчивы в течение 1 ч.

7.2.3. *Приготовление о-фосфорной кислоты раствора 0,1 %.*

В мерную колбу вместимостью 1 000 см³, содержащую около 500 см³ воды особо чистой, помещают 0,7 см³ о-фосфорной кислоты концентрированной, затем доводят объем водой особо чистой до метки и перемешивают. Срок годности раствора 1 месяц.

7.2.4. *Приготовление элюента А.*

В мерной колбе вместимостью 1 000 см³ растворяют 3,4 г калия фосфата однозамещенного в 900 см³ воды особо чистой, доводят pH полученного раствора до 3,0 прибавлением о-фосфорной кислоты концентрированной с потенциометрическим контролем, доводят объем раствора водой особо чистой до метки и перемешивают. Затем раствор дегазируют фильтрованием через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм. Элюент хранят в герметичной стеклянной посуде в холодильнике 14 суток.

7.2.5. *Приготовление элюента Б.*

В мерной колбе вместимостью 1 000 см³ смешивают по 500 см³ ацетонитрила и элюента А.

Элюент хранят в герметичной стеклянной посуде в холодильнике в течение месяца.

7.3. Подготовка хроматографа

Подготовку хроматографа проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

Проверка пригодности хроматографической системы.

Хроматографическая система считается пригодной, если на хроматограммах раствора фенилэфрина гидрохлорида с массовой концентрацией 1 000 мкг/см³ выполняются следующие условия:

– относительное стандартное отклонение площадей пиков по 5 последовательным хроматограммам ± 5 % для объема вводимой пробы 0,01 см³;

– фактор асимметрии пика фенилэфрина гидрохлорида – не более 1,8.

7.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость площади пиков (приборные единицы) от содержания фенилэфрина гидрохлорида в хроматографируемом объеме градуировочных растворов, устанавливают по методу абсолютной градуировки по шести сериям измерений и шести концентрациям вещества в каждой серии (табл. 2). Для этого на фильтры, помещенные в бюксы, наносят пипеткой вместимостью 1 $см^3$ основной стандартный раствор фенилэфрина гидрохлорида с массовой концентрацией 1 000 $мкг/см^3$ и рабочий стандартный раствор фенилэфрина гидрохлорида с массовой концентрацией 100 $мкг/см^3$ в соответствии с табл. 2. После этого фильтры подсушивают при комнатной температуре, затем, используя пипетку вместимостью 5,0 $см^3$, заливают 5,0 $см^3$ 0,1 %-го раствора о-фосфорной кислоты и оставляют на 10 мин периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтры отжимают, растворы сливают в мерные пробирки вместимостью 10,0 $см^3$, а фильтры повторно заливают 5,0 $см^3$ 0,1 %-го раствора о-фосфорной кислоты и оставляют на 10 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой. Затем фильтры тщательно отжимают, растворы сливают в те же пробирки, объем доводят до 10,0 $см^3$ 0,1 %-м раствором о-фосфорной кислоты, далее растворы фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении фенилэфрина гидрохлорида

Номер градуировочного раствора	Объем основного стандартного раствора с концентрацией фенилэфрина гидрохлорида 1 000 $мкг/см^3$, $см^3$	Объем рабочего стандартного раствора № 1 с концентрацией фенилэфрина гидрохлорида 100 $мкг/см^3$, $см^3$	Массовая концентрация фенилэфрина гидрохлорида в градуировочном растворе, $мкг/см^3$	Содержание фенилэфрина гидрохлорида в хроматографируемом объеме градуировочных растворов, мкг
1	0,0	0,0	0,0	0,00
2	0,0	0,5	5,0	0,05
3	0,1	0,0	10,0	0,10
4	0,2	0,0	20,0	0,20
5	0,3	0,0	30,0	0,30
6	0,4	0,0	40,0	0,40
7	0,6	0,0	60,0	0,60

Градуировочные растворы используют свежеприготовленные. Растворы устойчивы в течение 1 ч.

Инжектируют в хроматограф по 0,01 $см^3$ каждого из градуировочных растворов.

По полученным данным строят градуировочную характеристику зависимости площади пика (приборные единицы) от содержания фенилэфрина гидрохлорида в хроматографируемом объеме (мкг).

7.5. Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб

Длина волны детектора 216 нм.
Объем вводимой пробы 0,01 $см^3$.
Температура колонки 40 °С.

Подвижная фаза – линейный градиент в соответствии со следующей программой (табл. 3):

Таблица 3

Градиентный режим

Время, мин	Элюент А, %	Элюент Б, %
0	100	0
6	70	30
7	70	30
8	100	0
12	100	0

Расход подвижной фазы 0,8 $см^3$/мин.

Время удерживания фенилэфрина гидрохлорида (2,6 ± 5 %) мин.

За время удерживания фенилэфрина гидрохлорида принимается время удерживания пика стандарта фенилэфрина гидрохлорида, полученного при анализе стандартного раствора, с погрешностью ± 5 %.

Допускается изменять профиль градиента для достижения соответствия критериям пригодности хроматографической системы.

7.6. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже 1 раза в три месяца, а также при смене реактивов или изменении условий анализа.

Один раз в год градуировочную характеристику устанавливают заново.

Для контроля стабильности используют вновь приготовленные градуировочные растворы с массовой концентрацией исследуемого вещества по п. 7.4 (в начале, середине и конце измерений) и анализируют в точном соответствии с прописью методики.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для каждого контрольного образца выполняется условие:

$$\frac{\left|S_{изм} - S_{гр}\right|}{S_{гр}} \cdot 100 \leq K_{гр}, \text{ где} \qquad (1)$$

$S_{изм}$, $S_{гр}$ – значение площади пика (приборные единицы) фенилэфрина гидрохлорида в образце для контроля, измеренное и найденное по градуировочной характеристике соответственно;

$K_{гр}$ – норматив контроля, $K_{гр} = 0{,}5 \cdot \delta$, где

$\pm \delta$ – границы относительной погрешности, % (табл. 1).

Если условие стабильности не выполняется только для одного образца, то выполняют повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую ошибку.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины нестабильности и повторяют контроль стабильности с использованием других образцов для градуировочной характеристики, предусмотренной методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики прибор градуируют заново.

7.7. Отбор проб воздуха

Отбор проб проводят с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 с изменением № 1 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и Р 2.2.2006—05 (прилож. 9) «Общие методические требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны», раздел 2 «Контроль соответствия максимальным ПДК».

Одновременно отбирают две параллельные пробы.

Воздух с объемным расходом 20 дм^3/мин аспирируют в течение 10 мин через фильтр, помещенный в фильтродержатель, снабженный металлической сеткой. Для определения ½ ОБУВ фенилэфрина гидрохлорида отбирают не менее 200 дм^3 воздуха. Отобранные пробы можно хранить в бюксах в течение трех дней.

8. Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой помещают в бюкс, приливают 5,0 см^3 0,1 %-го раствора о-фосфорной кислоты, помешивая при этом стеклян-

ной палочкой в течение 10 мин для лучшего растворения вещества, затем фильтр тщательно отжимают, раствор сливают в другой бюкс. Фильтр повторно обрабатывают 5,0 см^3 0,1 %-го раствора о-фосфорной кислоты, снова тщательно отжимают и удаляют. Оба раствора последовательно фильтруют через мембранный фильтр с диаметром пор 0,45 мкм в мерную пробирку вместимостью 10,0 см^3, объем раствора доводят до метки 0,1 %-м раствором о-фосфорной кислоты.

Хроматографический анализ выполняют в тех же условиях, что и хроматографирование градуировочных растворов.

Регистрируют не менее двух хроматограмм для каждой пробы, соблюдая все условия, требуемые для градуировки хроматографической системы.

Количественное определение содержания фенилэфрина гидрохлорида (в мкг) в анализируемом объеме раствора пробы проводят по предварительно построенной градуировочной характеристике.

Примечание. Фильтрование растворов анализируемых проб проводится для удаления нерастворимых в 0,1 %-м растворе о-фосфорной кислоте вспомогательных веществ, входящих в состав препаративных форм фенилэфрина гидрохлорида.

9. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию фенилэфрина гидрохлорида в воздухе рабочей зоны C, мг/м^3, вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot B}{б \cdot V_{20}}, \text{ где} \qquad (2)$$

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

B – общий объем раствора пробы, см^3;

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

V_{20} – объем воздуха, отобранного для анализа (дм^3) и приведенного к стандартным условиям (прилож. 1).

За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$\frac{2 \cdot |C_1 - C_2| \cdot 100}{(C_1 + C_2)} \le r, \text{ где} \qquad (3)$$

C_1, C_2 – результаты параллельных определений массовой концентрации фенилэфрина гидрохлорида в воздухе, мг/м^3;

r – значение предела повторяемости, % (табл. 1).

Если условие не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

10. Оформление результатов анализа

Результат количественного химического анализа представляют в виде:

$$\overline{C} \pm 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{C}, \text{ при } P = 0,95, \text{ где}$$

$\overline{C}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми, мг/м^3;

$\pm \delta$ – границы относительной погрешности измерений, % (табл. 1).

Если полученный результат измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «*массовая концентрация фенилэфрина гидрохлорида менее 0,25 мг/м^3 (более 3,0 мг/м^3)*».

11. Контроль результатов измерений

11.1. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости.

Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличительных испытаниях (при проведении аккредитации лабораторий и инспекционного контроля).

Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует пробы, оставленные на хранение.

Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях, оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью $CD_{0,95}$ по формуле:

$$\frac{2 \cdot \left| C_{cp1} - C_{cp2} \right| \cdot 100}{(C_{cp1} + C_{cp2})} \leq CD_{0,95}, \text{ где} \qquad (4)$$

C_{cp1}, C_{cp2} – средние значения массовой концентрации фенилэфрина гидрохлорида, полученные в первой и второй лабораториях, мг/м^3;

$CD_{0,95}$ – значение критической разности, % (табл. 1).

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимых двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднеарифметическое значение. Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—02 (п. 5.3.3).

При разногласиях руководствуются ГОСТ Р ИСО 5725-6—02 (п. 5.3.4).

11.2. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6—02, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости по п. 6.2.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6—02 и показателя правильности по п. 6.2.4 ГОСТ Р ИСО 5725-6—02.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

Приложение 1

Приведение объёма воздуха к стандартным условиям

Приведение объёма воздуха к стандартным условиям при температуре 293 К (20 °С) и атмосферном давлении 101,33 кПа (760 мм рт. ст.):

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273 + t) \cdot 101{,}33}, \text{ где}$$

V_t – объём 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 расчёта 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

	Давление *P*, кПа/мм рт. ст.									
t °C	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 названий веществ

стр.
Пиритион цинк 5
Фенилэфрина гидрохлорид 15
Метформина гидрохлорид 27

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
(-)-(S)-9-Фтор-2,3-дигидро-3-метил-10-(4-метил-1-пиперазинил)-7-оксо-7Н-пиридо[1,2,3-de]-1,4-бензоксазин-6-карбоновая кислота гемигидрат (левофлоксацин гемигидрат)	«Измерение массовых концентраций (+ -)-2,3-дигидро-3-метил-9-фтор-10-(4-метилпиперазин-1-ил)-7-оксо-7Н-пиридо [1,2,3-de]-1,4-бензоксазин-6-карбоновой кислоты (офлоксацина) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии», М., 2006, вып. 42, МУК 4.1.1626—03, утв. 29.06.03

gost.e-ecolog.ru