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

Г. Г. Онищенко
29 июня 2003 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций аллохола (по сумме желчных кислот) в воздухе рабочей зоны

Методические указания МУК 4.1.1615—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный спектрофотометрический анализ воздуха рабочей зоны на содержание суммы желчных кислот в диапазоне концентраций 0,05—0,50 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Физико-химические свойства.

В состав лекарственного препарата аллохол входят желчь сухая бычья (38 %), чеснок сушеный (19 %), листья крапивы (2,4 %), уголь активированный (11,9 %) и вспомогательные вещества (28,7 %). В желчи содержатся различные желчные кислоты – монокарбоновые гидроксикислоты, относящиеся к классу стероидов, кристаллы с температурами плавления от 140 до 250 °С. В желчи быка присутствуют в основном холевая ($T_{пл.}$ 199 °С) и дезоксихолевая ($T_{пл.}$ 177 °С) кислоты в виде щелочных солей конъюгатов указанных кислот с таурином или глицином, при этом массовая доля холевых кислот составляет не менее 30 %.

Желчные кислоты плохо растворимы в воде, растворимы в этиловом спирте.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.2. Токсикологическая характеристика.

Препарат аллохол обладает общетоксическим и гепатотропным действием.

gost.e-ecolog.ru

Предельно допустимая концентрация препарата аллохола в воздухе рабочей зоны (по сумме массовых концентраций желчных кислот) – 0,1 мг/м^3.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений массовых концентраций суммы желчных кислот в воздухе с погрешностью, не превышающей ± 15 % при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерение массовых концентраций желчных кислот (по холевой кислоте) выполняется методом спектрофотометрии Метод основан на взаимодействии кислот с сахарозой с образованием окрашенного в желтый цвет продукта реакции. Измерение проводят при длине волны 575 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания желчных кислот в анализируемой пробе 20 мкг.

Нижний предел измерения концентрации желчных кислот в воздухе (при отборе 1 000 дм^3 воздуха) 0,05 мг/м^3.

Определению не мешают крахмал, тальк, магния карбонат, титана диоксид, тропеолин.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Спектрофотометр СФ-46	
Пробоотборное устройство ПУ-3Э	ТУ 4215-11696625—95
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—88Е
Меры массы Г-2-2106 2 кл	ГОСТ 7328—82Е
Фильтр АФА-ВП-10	ТУ 95-743—80
Колбы мерные, вместимостью 50, 100 и 500 см^3	ГОСТ 1770—74Е
Цилиндр мерный, вместимостью 500 см^3	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки, вместимостью 1, 2, 5 и 10 см^3	ГОСТ 29227—91
Бюксы $^{50}/_{30}$	ГОСТ 25336—82Е
Пробирки с пришлифованными пробками, вместимостью 10 см^3	ГОСТ 25336—82Е
Кюветы с толщиной оптического слоя 50 мм	
Стаканчики для взвешивания	ГОСТ 25336—82Е
Баня водяная	ТУ 64-1-2850—76

Термометр	ГОСТ 215—73
Холодильник бытовой	ГОСТ 16317—87

5.2. Реактивы

Холевая кислота, содержание основного вещества 98 %	ТУ 6-09-10-1585—83
Серная кислота концентрированная, плотность 1,84 г/см^3	ГОСТ 4204—77
Спирт этиловый, хч	ГОСТ 5963—67
Сахароза	ГОСТ 5833—75
Кислота уксусная ледяная	ГОСТ 61—75
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72

Допускается применение иных средств измерения, вспомогательных устройств, реактивов и материалов, обеспечивающих показатели точности, установленные для данных методических указаний.

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—76.

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

6.4. Работа на спектрофотометре должна проводиться в чистом помещении, свободном от пыли, паров кислот и щелочей. Вблизи спектрофотометра не должны располагаться громоздкие изделия, создающие неудобства в работе оператора.

6.5. В процессе работы необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе с химической посудой.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим и средним специальным образованием, имеющие навыки работы на спектрофотометре.

8. Условия измерений

8.1. Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях при температуре воздуха

(20 ± 5) °С, атмосферном давлении 84—106 кПа и влажности воздуха не более 80 %.

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

9. Подготовка к выполнению измерений

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Приготовление стандартного раствора кислоты холевой концентрацией 100 мкг/см^3. Навеску 10 мг кислоты холевой растворяют в нескольких см^3 спирта этилового в мерной колбе вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора спиртом до метки. Срок годности раствора – 10 суток при хранении в холодильнике.

9.1.2. Приготовление раствора сахарозы концентрацией 10 мг/см^3. Растворяют в воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3 1 г сахарозы и доводят объем раствора водой до метки. Раствор используют свежеприготовленным.

9.1.3. Приготовление 8 М раствора кислоты серной. В колбе вместимостью 500 см^3 к 200 см^3 дистиллированной воды осторожно, при постоянном перемешивании, прибавляют 213 см^3 кислоты серной концентрированной и доводят водой до метки. Срок годности раствора – 1 месяц при хранении в комнатных условиях.

9.2. Подготовка прибора

Подготовку спектрофотометра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость величины оптической плотности раствора от массы вещества в анализируемой пробе, устанавливают по методу абсолютной градуировки с использованием серии градуировочных растворов согласно табл. 1, которые готовят путем соответствующего разбавления стандартного раствора кислоты холевой этиловым спиртом с помощью пипеток в пробирках с притертыми пробками. Растворы можно хранить при комнатной температуре в течение 7 ч, в холодильнике – в течение недели.

Для получения градуировочной зависимости по 2 см^3 каждого градуировочного раствора переносят в колбу на 50 см^3 с притертой пробкой, прибавляют 0,8 см^3 раствора сахарозы, пробирку с раствором ставят в стакан со смесью воды со льдом, прибавляют 10 см^3 8 М раствора кислоты серной и тщательно перемешивают. Пробирку с раствором по-

мещают в водяную баню при 60 °С на 20 мин, после чего сразу же охлаждают в стакане со смесью воды со льдом, прибавляют 10 см^3 кислоты уксусной ледяной и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре в максимуме поглощения при длине волны 575 нм в кювете с толщиной слоя 50 мм В качестве раствора сравнения используют градуировочный раствор № 1

Проводят по 5 параллельных определений для каждого из 6 растворов и строят градуировочную зависимость величины оптической плотности от количества вещества в анализируемои пробе

Проверку градуировочного графика проводяг 1 раз в 3 месяца или в случае смены партии реакiивов, оборудования или приборов

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при измерении массовых концентраций желчных кислот

№ стандарта	Стандартный раствор холевой кислоты, см^3	Спирт этиловый, см^3	Концентрация вещества, мкг/см^3	Содержание вещества в анализируемом объеме раствора, мкг
1	0	10	0	0
2	1,0	9,0	10	20
3	2,0	8,0	20	40
4	3,0	7,0	30	60
5	5,0	5,0	50	100
6	7,5	2,5	75	150
7	10	0	100	200

9.4. Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 40 дм^3/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, помещенный в фильтродержатель Для определения ½ ПДК аллохола следует отобрать 1 000 дм^3 воздуха Пробы можно хранить в течение недели

10. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в бюкс с пришлифованной крышкой и приливают пипеткой 5 см^3 этилового спирта Периодически встряхивая, выдерживают раствор в течение 5 мин и сливают в пробирку Степень экстракции с фильтра 95 % Отбирают пипеткой 2 см^3 экстракта и проводят фотометрические реакции аналогично тому, как и при построении градуировочного графика Количественное определение содержания суммы свободных желчных кислот в растворе проводят по

предварительно построенному градуировочному графику, полученному с помощью растворов холевой кислоты по отношению к раствору сравнения, используя чистый фильтр.

11. Расчет концентрации вещества

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

$$C = \frac{a \cdot b}{б \cdot V}, \text{ где}$$

a – содержание желчных кислот в объеме пробы, взятой для анализа, мкг;

$в$ – общий объем экстракта с фильтра, см^3;

$б$ – объем пробы, взятой для анализа, см^3;

V – объем воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям, дм^3 (см. прилож. 1).

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа представляют в виде $(C \pm \Delta)$ мг/м^3, $P = 0{,}95$, где Δ – характеристика погрешности, $\Delta = 0{,}005 + 0{,}15C$.

13. Контроль погрешности методики

Значения характеристики погрешности, норматива оперативного контроля точности и норматива оперативного контроля воспроизводимости приведены в табл. 2 в виде зависимости от значения массовой концентрации анализируемого компонента в пробе C.

Таблица 2

Результаты метрологической аттестации методики количественного химического анализа

Диапазон определяемых концентраций желчных кислот, мг/м^3	Наименование метрологической характеристики		
	Характеристика погрешности Δ, мг/м^3 ($P = 0{,}95$)	Норматив оперативного контроля точности K, мг/м^3 ($P = 0{,}90$, $m = 2$)	Норматив оперативного контроля воспроизводимости D, мг/м^3 ($P = 0{,}95$, $m = 2$)
От 0,05 до 0,5	$0{,}005 + 0{,}15C$	$0{,}007 + 0{,}16C$	$0{,}015 + 0{,}02C$

13.1. Оперативный контроль воспроизводимости

Оперативный контроль воспроизводимости выполняют в одной серии с анализом рабочих проб. Проводят отбор двух воздушных проб с использованием двух пробоотборников одновременно. Анализируют в

соответствии с прописью методики, привлекая различных исполнителей и максимально варьируя условия проведения анализа: партии реактивов, наборы мерной посуды и т. д., и получают два результата C_1 и C_2 анализов. Решение об удовлетворительной воспроизводимости принимают при выполнении условия:

$$| C_1 - C_2 | \le D, \text{ где}$$

D – норматив оперативного контроля воспроизводимости. При превышении расхождения между двумя результатами анализа норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Внутренний оперативный контроль воспроизводимости проводят не реже, чем 1 раз в месяц.

13.2. Оперативный контроль точности

Оперативный контроль точности выполняют в одной серии с анализом рабочих проб. Проводят отбор двух воздушных проб с использованием двух пробоотборников одновременно, затем к одной пробе делают добавку анализируемого компонента δC, нанося на фильтр дозу раствора, содержащего анализируемый компонент. Величина добавки должна соответствовать 50—150 % от содержания компонента в пробе. Результаты анализа C_1 без добавки и C_2 с добавкой получают по возможности в одинаковых условиях: одним аналитиком, с одной партией реактивов, с одним набором посуды и т. д.

Погрешность процедуры отбора проб контролируют путем поверки используемых пробоотборников. Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия:

$$| C_2 - C_1 - \delta C | \le K, \text{ где}$$

K – норматив оперативного контроля точности.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб при последовательном отборе проб воздуха требуется 6 ч.

Методические указания разработаны Российским государственным медицинским университетом (лаборатория токсикологии и экологии, Е. Б. Гугля).

gost.e-ecolog.ru