

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Измерение концентраций вредных веществ
в воздухе рабочей зоны**

**Сборник методических указаний
МУК 4.1.1678—4.1.1710—03**

Выпуск 44

Издание официальное

Москва • 2007

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Измерение концентраций вредных веществ
в воздухе рабочей зоны**

**Сборник методических указаний
МУК 4.1.1678—4.1.1710—03**

Выпуск 44

ББК 51.21

ИЗ7

ИЗ7 Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний. Вып. 44—
М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2007.—287 с.

ISBN 5—7508—0688—X

1. Методические указания подготовлены коллективом специалистов Научно-исследовательского института медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьева, Е. М. Малинина, Е. Н. Гришун, Г. Ф. Громова) при участии А. И. Кучеренко (Департамент госсанэпиднадзора Минздрава России).

2. Разработаны сотрудниками Государственного унитарного предприятия «Всероссийский научный центр по безопасности биологически активных веществ» (ГУП «ВНЦ БАВ»).

3. Рекомендованы к утверждению на совместном заседании группы Главного эксперта Комиссии по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию по проблеме «Лабораторно-инструментальное дело и метрологическое обеспечение» и методбюро п/секции «Промышленно-санитарная химия» Проблемной комиссии «Научные основы гигиены труда и профпатологии».

4. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Министерстве здравоохранения Российской Федерации. Протокол № 17 от 16 марта 2003 г.

5. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации Г. Г. Онищенко 29 июня 2003 г.

6. Введены впервые.

ББК 51.21

ISBN 5—7508—0688—X

© Роспотребнадзор, 2007

© Федеральный центр гигиены и
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2007

Содержание

| | |
|--|-----|
| Введение | 5 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 3'-азидо-3'-дезокситимидина (азидотимидин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1678—03 | 6 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 33-[(3-амино-3,6-дидеокси-β-D-маннопиранозил)окси]-1,3,4,7,9,11,17,37-октагидроксн-15,16,18-триметил-13-оксо-14,39-диоксабицикло-[33,3,1]нонатриаконта-19,21,25,27,29,31-гексаен-36-карбоновой кислоты (нистатин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1679—03 | 14 |
| Спектрофотометрическое измерение массовой концентрации 3-[[[2-[(аминоиминометил)амино]-4-тиазолил]метил]тио]-N-(аминосульфонил)пропанамид (фамотидин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1680—03 | 23 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N-(аминокарбонил)-2-бром-3-метилбутанамида (бромизовал) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1681—03 | 31 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций (7α,17α)-7-(ацетилтио)-17-гидрокси-3-оксопрегн-4-ен-21-карбоновой кислоты γ-лактона (спиронолактон) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1682—05 | 41 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций соли (±)-5-бензоил-2,3-дигидро-1Н-пирролизин-1-карбоновой кислоты с 2-амино-2-(гидроксиметил)-1,3-пропандиолом (1 : 1) (кеторолака трометамин, кеторолак, кеторол) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1683—03 | 49 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1-бензоил-2-имидазолидинона в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1684—03 | 57 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1-бензоил-5-фенил-5-этил-2,4,6(1Н, 3Н, 5Н)-пиримидинтриона (бензонал, бензобарбитал) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1685—03 | 65 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций (8β)-1,6-диметилэрголин-10-метокси-8-метанол-5-бром-3-пиридинкарбоксилата (ницерголин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1686—03 | 73 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-О-β-D-галактопиранозил-α-D-глюкозы моногидрата (лактоза моногидрат, сахар молочный) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1687—03 | 81 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций гидразина сульфата (сетидрин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1688—03 | 90 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций [(4-гидрокси-3-метоксифенил)метиле]н гидразида 4-пиридинкарбоновой кислоты моногидрата (фтивазид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1689—03 | 99 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1,4: 3,6-диангидро-D-глицитола динитрата (изосорбида динитрат, нитросорбид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1690—03 | 107 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций (6α,11β,16α)-11,21-дигидрокси-6,9-дифтор-16,17-[(1-метилэтилден)бис(окси)прегна-1,4-диен-3,20-диона (синаflan, флуоцинолона ацетонид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1691—03 | 117 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1,7-дигидро-6Н-пурин-6-тиона моногидрата (меркаптопурин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1692—03 | 126 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1,4-диоксид 2, 3-хиноксалиндиметанола (диоксидин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1693—03 | 134 |

| | |
|---|-----|
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций [R-(R*,R*)]-2,2-дихлор-N-[2-гидрокси-1-(гидроксиэтил)-2-(4-нитрофенил)этил]ацетамида (синтомицин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1694—03 | 142 |
| Измерение массовых концентраций 2-(2,6-дихлорфениламино)имидазолина гидрохлорида (клофелин, клонидин) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1695—03 | 150 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций (R*,S*)-4,4'-(1,2-дизтил-1,1-этандиол)бис[бензолсульфоновая кислота] дикалиевой соли (сигетин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1696—03 | 160 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1-[(3,4-диэтоксифенил)метил]-6,7-диэтокси-1,2,3,4-тетрагидроизохинолина гидрохлорида (дротаверина гидрохлорид, но-шпа) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1697—03 | 168 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций какао-порошка в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1698—03 | 176 |
| Измерение массовых концентраций кальция сульфата дигидрата (гипсовое вяжущее) в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектроскопии: МУК 4.1.1699—03 | 185 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций лигнина модифицированного гидролизного, окисленного (лигнин гидролизный, окисленный) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1700—03 | 193 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций (S,S)-1-(3-меркапто-2-метил-пропионил)пирролидин-2-карбоновой кислоты (каптоприл, капотен) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1701—03 | 202 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2,2'-метиленидгидразида 4-пиридинкарбоновой кислоты (метагид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1702—03 | 210 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N-метил-N-нитрозомочевины (нитрозометилмочевина) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1703—03 | 218 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 6-метил-(1H,3H)-пиримидин-2,4-диона (метилурацил) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1704—03 | 227 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 5-метокси-2-[[[(4-метокси-3,5-диметил-2-пиридинил)метил]сульфинил]-1H-бензимидазола (омепразол) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1705—03 | 235 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-нитро-2-хлорфенола (нихлофен, нитрофунгин, хлорнитрофенол) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1706—03 | 244 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций натриевой соли 9-оксо-10(9H)-акридинацетата (неовир) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1707—03 | 252 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-пиридинкарбоновой кислоты гидразида (изониазид, тубазид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1708—03 | 260 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-пиридинкарбоновой кислоты гидразида комплекса с железом(II)сульфатом дигидрата (феназид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1709—03 | 268 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 5-фенил-5-этилдигидро-4,6(1H,5H)пиримидиндиона (гексамидин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1710—03 | 276 |

Введение

Сборник методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 44) разработан с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочным безопасным уровням воздействия (ОБУВ) и являются обязательными при осуществлении санитарного контроля.

Включенные в данный сборник 33 методики контроля вредных веществ в воздухе рабочей зоны разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений», МИ 2335—95 «Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа», МИ 2336—95 «Характеристики погрешности результатов количественного химического анализа. Алгоритмы оценивания».

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

Методические указания по измерению массовых концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для центров госсанэпиднадзора, санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов и других заинтересованных министерств и ведомств.

УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здраво-
охранения Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

29 июня 2003 г.

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

**Спектрофотометрическое измерение
массовых концентраций 1-[(3,4-
дизтоксифенил)метилен]-6,7-дизтокси-1,2,3,4-
тетрагидроизохинолина гидрохлорида (дротаверина
гидрохлорид, но-шпа) в воздухе рабочей зоны**

Методические указания

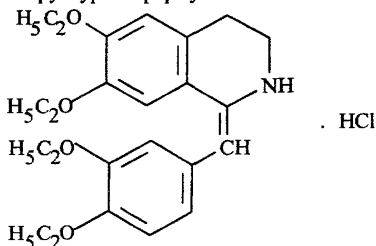
МУК 4.1.1697—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный спектрофотометрический анализ воздуха рабочей зоны на содержание дротаверина гидрохлорида в диапазоне массовых концентраций 0,1—1,0 мг/м³.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула C₂₄H₃₁NO₄ · HCl

2.3. Молекулярная масса 433,98

2.4. Регистрационный номер CAS 985-12-6

2.5. Физико-химические свойства

Дротаверина гидрохлорид светло-желтый или зеленовато-желтый кристаллический порошок с температурой плавления 209—211 °С. Легко растворим в хлороформе, растворим в этиловом спирте 95 % и в 1,0 н водном растворе соляной кислоты, умеренно растворим в воде.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Дротаверина гидрохлорид – спазмолитическое, сосудорасширяющее, миотропное, гипотензивное средство, оказывает влияние на ЦНС и функции внутренних органов, обладает общетоксическим и раздражающим действием.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) дротаверина гидрохлорида в воздухе рабочей зоны 0,2 мг/м³, 2 класс опасности.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 17,0 %, при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерения массовых концентраций дротаверина гидрохлорида выполняют методом спектрофотометрии.

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

Измерение производят при длине волны 350 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания дротаверина гидрохлорида в анализируемом объеме пробы – 40,0 мкг.

Нижний предел измерения массовых концентраций дротаверина гидрохлорида в воздухе – 0,1 мг/м³ (при отборе 400 дм³ воздуха).

Метод специфичен в условиях производства таблеток дротаверина.

Определению не мешают целлюлоза микрокристаллическая, поливинилпирролидон, лактоза моногидрат, магний стеариновокислый.

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

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

| | |
|---|-------------------|
| Спектрофотометр Specord M-40, Carl Zeiss | |
| Весы лабораторные ВЛА-200 | ГОСТ 24104—88Е |
| Аспирационное устройство, ПУ-3Э/220, с диапазоном расхода воздуха 80—400 дм ³ /мин | |
| ЗАО «Химко» «НОРД-ЭКОЛОГИЯ ХИМАВТОМАТИКА» | ТУ ЕВКН 4.471.000 |
| Фильтродержатели | ТУ 95.72.05—77 |
| Фильтры АФА-ХП-10 | ТУ 95-743—80 |
| Колбы мерные, вместимостью 25, 50, 100, 1000 см ³ | ГОСТ 1770—74Е |
| Пипетки, вместимостью 1, 2, 5, 10 см ³ | ГОСТ 29227—91 |
| Пробирки мерные с пришлифованными пробками, вместимостью 10 см ³ | ГОСТ 25336—82Е |
| Бюксы химические с пришлифованными крышками, вместимостью 25 см ³ | ГОСТ 25336—82Е |
| Палочки стеклянные | ГОСТ 25336—82Е |
| Цилиндры мерные, вместимостью 100, 1 000 см ³ | ГОСТ 1770—74Е |
| Воронки химические, диаметр 30 мм | ГОСТ 25336—82Е |
| Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента», диаметр 5,5 см | ТУ 6-09-1678—77 |
| Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм | |
| Дистиллятор | ТУ 61-1-721—79 |

5.2. Реактивы, растворы

| | |
|--|----------------|
| Дротаверина гидрохлорид, с содержанием основного вещества не менее 99,0 %, в пересчете на сухое вещество | НД 42-10981—00 |
| Вода дистиллированная | ГОСТ 6709—72 |
| Кислота соляная, хч, плотность 1,19 г/см ³ , 1,0 н водный раствор | ГОСТ 3118—77 |

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.

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

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим или средним специальным образованием, прошедших обучение и имеющих навыки работы на спектрофотометре.

8. Условия измерений

8.1. Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях при температуре воздуха $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, 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 дротаверина гидрохлорида с концентрацией 500 мкг/см³ готовят растворением 0,0500 г вещества в 1,0 н водном растворе соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 100 см³. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.1.2. Стандартный раствор дротаверина гидрохлорида № 1 с концентрацией 200 мкг/см³ готовят разбавлением 10 см³ основного стандартного раствора 1,0 н водным раствором соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 25 см³. Раствор применяют свежеприготовленным.

9.1.3. Стандартный раствор дротаверина гидрохлорида № 2 с концентрацией 40 мкг/см³ готовят разбавлением 5 см³ стандартного раствора № 1 1,0 н водным раствором соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 25 см³. Раствор применяют свежеприготовленным.

9.1.4. 1,0 н водный раствор соляной кислоты. В мерную колбу вместимостью 1 000 см³ приливают 800 см³ дистиллированной воды, добавляют 82,20 см³ концентрированной соляной кислоты (плотность 1,19), доводят объем раствора дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор устойчив 30 суток.

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 дротаверина гидрохлорида, устанавливают по шести сериям растворов из пяти параллельных определений в каждой серии согласно табл. 1.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении дротаверина гидрохлорида

| Номер стандарта | Стандартный раствор дротаверина гидрохлорида № 1, см ³ | Стандартный раствор дротаверина гидрохлорида № 2, см ³ | Соляной кислоты 1,0 н водный раствор, см ³ | Концентрация дротаверина гидрохлорида в градуировочном растворе, мкг/см ³ | Содержание дротаверина гидрохлорида в градуировочном растворе, мкг |
|-----------------|---|---|---|--|--|
| 1 | 0,00 | 0,00 | 10,00 | 0,0 | 0,0 |
| 2 | 0,00 | 1,00 | 9,00 | 4,0 | 40,0 |
| 3 | 0,00 | 2,00 | 8,00 | 8,0 | 80,0 |
| 4 | 0,50 | 0,00 | 9,50 | 10,0 | 100,0 |
| 5 | 1,00 | 0,00 | 9,00 | 20,0 | 200,0 |
| 6 | 1,50 | 0,00 | 8,50 | 30,0 | 300,0 |
| 7 | 2,00 | 0,00 | 8,00 | 40,0 | 400,0 |

Градуировочные растворы применяют свежеприготовленными.

Подготовленные градуировочные растворы перемешивают и через 10 мин измеряют оптические плотности растворов в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 350 нм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества. Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс – соответствующие им содержания дротаверина гидрохлорида в мкг.

Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в квартал или в случае использования новой партии реактивов, оборудования и после ремонта прибора.

9.4. Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 80 дм³/мин аспирируют через фильтр АФА-ХП-10, помещенный в фильтродержатель. Для измерения

½ ОБУВ следует отобрать 400 дм³ воздуха. Пробы хранят в бюксах с пришлифованными крышками в течение недели.

10. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой переносят в химический бюкс с пришлифованной крышкой, вместимостью 25 см³, приливают 5 см³ 1,0 н водного раствора соляной кислоты и оставляют на 15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр отжимают и повторно обрабатывают 5 см³ 1,0 н водного раствора соляной кислоты. Фильтр снова тщательно отжимают стеклянной палочкой и удаляют. Оба раствора последовательно фильтруют на химической воронке через бумажный фильтр «белая лента» в мерную пробирку, вместимостью 10 см³, и доводят 1,0 н водным раствором соляной кислоты до метки. Степень десорбции вещества с фильтра 98 %.

Оптическую плотность полученных анализируемых растворов измеряют в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 350 нм по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробам, используя чистый фильтр.

Количественное определение содержания дротаверина гидрохлорида проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Примечание: фильтрование растворов анализируемых проб проводится для удаления не растворимых в 1,0 н водном растворе соляной кислоты вспомогательных веществ, входящих в состав таблеток дротаверина.

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию дротаверина гидрохлорида (C , мг/м³) в воздухе рабочей зоны вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a}{V}, \text{ где}$$

a – количество дротаверина гидрохлорида, найденное в анализируемом объеме раствора по градуировочному графику, мкг;

V – объем воздуха, отобранного для анализа (дм³) и приведенного к стандартным условиям (прилож. 1).

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа представляют в виде:

$$C \pm \Delta \text{ мг/м}^3, P = 0,95$$

Значение $\Delta = 0,0016 + 0,17C$, мг/м³, где

Δ – характеристика погрешности.

13. Контроль погрешности методики КХА

Таблица 2

Значения характеристики погрешности, норматива оперативного контроля погрешности и норматива оперативного контроля воспроизводимости

| Диапазон определяемых массовых концентраций дротаверина гидрохлорида, мг/м ³ | Наименование метрологической характеристики | | |
|---|--|--|--|
| | характеристика погрешности, Δ , мг/м ³ , $P = 0,95$ | норматив оперативного контроля погрешности, K , мг/м ³ , ($P = 0,90, m = 3$) | норматив оперативного контроля воспроизводимости, D , мг/м ³ , ($P = 0,95, m = 2$) |
| 0,1—1,0 | 0,0016 + 0,17C | 0,0022 + 0,19C | 0,0061 + 0,22C |

Метрологические характеристики приведены в виде зависимости от значения массовой концентрации анализируемого компонента в пробе — C.

13.1. Оперативный контроль погрешности

Оперативный контроль погрешности выполняют в одной серии с КХА рабочих проб.

Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха рабочей зоны. Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. После отбора пробы экстракт с фильтра делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы — C_1 . Вторую часть разбавляют соответствующим растворителем в два раза и снова делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза — C_2 . Во вторую часть делают добавку анализируемого компонента (X) до массовой концентрации исходной рабочей пробы (C_1) (общая концентрация не должна превышать 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:

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

C_1 – результат анализа рабочей пробы;

C_2 – результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза;

C_3 – результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой анализируемого компонента;

X – величина добавки анализируемого компонента;

K – норматив оперативного контроля погрешности.

$$K = 0,0022 + 0,19C \text{ (мг/м}^3\text{)}$$

13.2. Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха рабочей зоны. Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. После отбора пробы экстракт с фильтра делят на две равные части и анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения анализа, т. е. получают два результата анализа в разных лабораториях или в одной, используя при этом разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов. Два результата анализа не должны отличаться друг от друга на величину допускаемых расхождений между результатами анализа:

$$|C_1 - C_2| \leq D, \text{ где}$$

C_1 – результат анализа рабочей пробы;

C_2 – результат анализа этой же пробы, полученный в другой лаборатории или в этой же, но другим аналитиком с использованием другого набора мерной посуды и других партий реактивов;

D – допустимые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы.

$$D = 0,0061 + 0,22C \text{ (мг/м}^3\text{)}$$

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

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 2 ч 30 мин.

Методические указания разработаны Государственным унитарным предприятием «Всероссийский научный центр по безопасности биологически активных веществ» (ГУП «ВНЦ БАВ»): В. П. Жестков, А. П. Крымов, В. Ф. Алещенко, Л. И. Крымова.

Приведение объема воздуха к стандартным условиям

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 20 °С и давление 101,33 кПа) проводят по формуле:

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

V_t – объем воздуха, отобранный для анализа, дм^3 ;

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

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

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

**Коэффициенты для приведения объема воздуха
к стандартным условиям**

| t, °C | Давление P, кПа/мм рт. ст. | | | | | | | | | |
|----------|----------------------------|---------------|--------------|---------------|---------------|-------------|----------------|----------------|----------------|----------------|
| | 97,33/ 730 | 97,86/ 734 | 98,4/ 738 | 98,93/ 742 | 99,46/ 746 | 100/ 750 | 100,53/ 754 | 101,06/ 758 | 101,33/ 760 | 101,86/ 764 |
| -30 | 1,1582 | 1,1646 | 1,1709 | 1,1772 | 1,1836 | 1,1899 | 1,1963 | 1,2026 | 1,2058 | 1,2122 |
| -26 | 1,1393 | 1,1456 | 1,1519 | 1,1581 | 1,1644 | 1,1705 | 1,1768 | 1,1831 | 1,1862 | 1,1925 |
| -22 | 1,1212 | 1,1274 | 1,1336 | 1,1396 | 1,1458 | 1,1519 | 1,1581 | 1,1643 | 1,1673 | 1,1735 |
| -18 | 1,1036 | 1,1097 | 1,1158 | 1,1218 | 1,1278 | 1,1338 | 1,1399 | 1,1460 | 1,1490 | 1,1551 |
| -14 | 1,0866 | 1,0926 | 1,0986 | 1,1045 | 1,1105 | 1,1164 | 1,1224 | 1,1284 | 1,1313 | 1,1373 |
| -10 | 1,0701 | 1,0760 | 1,0819 | 1,0877 | 1,0936 | 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 | 0,9783 | 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 |

Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ

| | стр. |
|--|------|
| 1. азидотимидина | 6 |
| 2. бензобарбитал | 65 |
| 3. бензонал | 65 |
| 4. бромизовал | 31 |
| 5. гексамидин | 276 |
| 6. гидразина сульфат | 90 |
| 7. гипсовое вяжущее | 185 |
| 8. диоксидин | 134 |
| 9. дротаверина гидрохлорид | 168 |
| 10. изониазид | 260 |
| 11. изосорбида динитрат | 107 |
| 12. какао | 176 |
| 13. какао-порошок | 176 |
| 14. кальция сульфат дигидрат | 185 |
| 15. капотен | 202 |
| 16. каптоприл | 202 |
| 17. кеторол | 49 |
| 18. кеторолак | 49 |
| 19. кеторолака трометамин | 49 |
| 20. клонидин | 150 |
| 21. клофелин | 150 |
| 22. лактоза | 81 |
| 23. лактоза моногидрат | 81 |
| 24. лигнин | 193 |
| 25. лигнин модифицированный гидролизный окисленный | 193 |
| 26. меркаптопурин | 126 |
| 27. метагид | 210 |
| 28. метилурацил | 227 |
| 29. молочный сахар | 81 |
| 30. неовир | 252 |
| 31. нистатин | 14 |
| 32. нитрозометилмочевина | 218 |
| 33. нитросорбид | 107 |
| 34. нитрофунгин | 244 |
| 35. нихлофен | 244 |
| 36. ницерголин | 73 |

| | |
|---------------------------|-----|
| 37. но-шпа | 168 |
| 38. омепразол | 235 |
| 39. сахар молочный | 81 |
| 40. сегидрин | 90 |
| 41. сигетин | 160 |
| 42. синафлан | 117 |
| 43. синтомицин | 142 |
| 44. спиронолактон | 41 |
| 45. тубазид | 260 |
| 46. фамотидин | 23 |
| 47. феназид | 268 |
| 48. флуоцинолона ацетонид | 117 |
| 49. фтивазид | 99 |
| 50. хлорнитрофенол | 244 |

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

**Сборник методических указаний
МУК 4.1.1678—4.1.1710—03**

Выпуск 44

Редакторы Аванесова Л. И., Глазкова М. Ф.,
Кожока Н. В., Кучурова Л. С., Максакова Е. И.
Технический редактор Ломанова Е. В.

Подписано в печать 30.03.07

Формат 60x88/16

Тираж 500 экз.

Печ. л. 18,0
Заказ 10

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати издательским отделом
и тиражирован отделом технического обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., д. 19а