

**Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

**Сборник методических указаний
МУК 4.1.1678—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—Х

1. Методические указания подготовлены коллективом специалистов Научно-исследовательского института медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьева, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, 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 «ВНИЦ 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 методобюро 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—Х

© 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-диокси- β -D-маннопиранозил)окси]-1,3,4,7,9,11,17,37-октагидрокси-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-(аминоинометил)амино]-4-тиазолил]метил]тио]-N-(аминосульфонил)пропанимida (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 (7 α ,17 α)-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 (\pm)-5-бензоил-2,3-дигидро-1H-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-имиадозидинона в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1684—03	57
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1-бензоил-5-фенил-5-этил-2,4,6(1H, 3H, 5H)-пиrimидинтриона (бензонал, бензобарбитал) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1685—03	65
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций (8 β)-1,6-диметилэргон-10-метокс-8-метанол-5-бром-3-пиридинкарбоксилата (нинерголин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1686—03	73
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-O- 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 (сегидрин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1688—03	90
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций [[4-гидрокси-3-метоксифенил]метилен] гидразила 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 (изосорбила динитрат, нитросорбид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1690—03	107
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций (6 α ,11 β ,16 α)-11,21-дигидрокси-6,9-дигидро-16,17-[(1-метил этилиден)бис(окси)прегна-1,4-диен-3,20-диона (синафлан, 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

МУК 4.1.1678—4.1.1710—03

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций [R-(R*,R*)]-2,2-дихлор-N-[2-гидрокси-1-(гидроксиметил)-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 (крофелин, клонидин) в воздухе рабочей зоны методом высокодейственной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1695—03.....	150
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций (R*,S*)-4,4'-(1,2-диэтил-1,1-этандиил)бис[бензолсульфоновая кислота] дикалиевой соли (сигетин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1696—03	160
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1-[(3,4-дизоксифенил)метилен]-6,7-дизокси-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 спектрофотометрии: 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 (каптолприл; капотен) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1701—03	202
Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2,2'-метилендигидразида 4-пиридинкарбоновой кислоты (метазид) 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-(1Н, 3Н)-пиримидин-2,4-диона (метилурашил) 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]-1Н-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(9Н)-акридиниацетата (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-этидигидро-4,6(1Н, 5Н) пиrimидиндиона (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 1,4: 3,6-диангидро-Д-глицитола динитрата (изосорбida динитрат, нитросорбид) в воздухе рабочей зоны

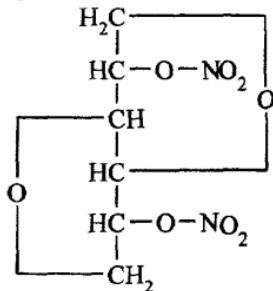
Методические указания
МУК 4.1.1690—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный спектрофотометрический анализ воздуха рабочей зоны на содержание нитросорбida в диапазоне концентраций 0,015—0,45 мг/м³.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула C₆H₈N₂O₉.

2.3. Молекулярная масса 236,16.

2.4. Регистрационный номер CAS 87-33-0.

2.5. Физико-химические свойства.

Нитросорбид – белый мелкокристаллический порошок, без запаха с температурой плавления 69—71 °С. Практически не растворим в воде, умеренно (1 г в 50 см³) растворим в 95 %-м спирте, легко растворим в эфире и хлороформе.

Нитросорбид, как и многие другие эфиры азотной кислоты, взрывоопасен. Хранение по списку Б, герметично, в сухом, прохладном, защищенном от света месте, вдали от огня.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль + пары.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Нитросорбид – антиангинальное, сосудорасширяющее средство, входит в группу органических нитратов. По фармакологическому и биологическому действию имеет сходство с нитроглицерином. Нитросорбид оказывает влияние на центральную нервную и сердечно-сосудистую системы, обладает эмбрио- и гонадотоксическим эффектами. Нитросорбид может вызывать привыкание.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) нитросорбида в воздухе рабочей зоны 0,03 мг/м³; 1 класс опасности.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений массовых концентраций нитросорбида с погрешностью, не превышающей $\pm 21\%$, при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерения массовой концентрации нитросорбида выполняют методом спектрофотометрии.

Метод определения основан на гидролизе нитросорбида в спиртовом растворе натрия гидрооксида с образованием нитрит-ионов и последующим их спектрофотометрическим определением реагентом Грисса-Илосвайя.

Измерение производят при длине волны 526 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр и в спирт этиловый 95 %.

Нижний предел измерения содержания нитросорбида в анализируемом объеме пробы – 1 мкг.

Нижний предел измерения концентрации нитросорбида в воздухе – 0,015 мг/м³ (при отборе 70 дм³ воздуха).

Метод специфичен в условиях производства таблеток нитросорбида.

Определению не мешают сахар, крахмал картофельный, кальций стеариново-кислый.

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

Аспирационное устройство, модель 822

Фильтродержатель

Фильтры АФА-ВП-10

Поглотительный прибор Рихтера 7П

Колбы мерные, вместимостью 100 см³, 500 см³

Пипетки, вместимостью 1, 2, 5, 10 см³

Колбы грушевидные, вместимостью 50 см³

Колбы конические термостойкие,
вместимостью 100, 250 см³

Колбы конические, вместимостью 200 см³

Кружка фарфоровая, вместимостью 500 см³

Пробирки мерные с притертymi пробками, вме-
стимостью 10 см³

Стаканы химические, вместимостью 25 см³

Цилиндры мерные, вместимостью 25, 50, 100,
250, 500 см³

Фильтры бумажные обеззоленные «белая лента»,
диаметр 5,5 см

Воронки химические, диаметр 30 мм

Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм

Баня водяная

Секундомер

Термометр лабораторный стеклянный,
от 0 до 100 °C

Дистиллятор

ГОСТ 24104—88Е

ГОСТ 2.6.01—86

ТУ 95.72.05—77

ТУ 95-743—80

ТУ 25-11-1081—75

ГОСТ 1770—74Е

ГОСТ 29227—91

ГОСТ 23932—90

ГОСТ 1770—74Е

ГОСТ 1770—74Е

ГОСТ 9147—80

ГОСТ 25336—82Е

ГОСТ 25336—82Е

ГОСТ 1770—74Е

ТУ 6-09-1678—77

ГОСТ 25336—82

ТУ 64-1-425—72

ГОСТ 5072—79

ГОСТ 16590—71

ТУ 61-1-721—79

5.2. Реактивы, растворы

Нитросорбид, с содержанием основного вещества не менее 99,0 % в пересчете на сухое вещество

ФС 42-422—92

Спирт этиловый, 95 %, реагент

ГОСТ 5963—67

Натрия гидроокись, хч, 15 %-ный водный раствор

ГОСТ 4328—77

Вода дистиллированная

ГОСТ 6709—72

Кислота серная, хч, плотность 1,84 г/см ³ , 20 %-ый водный раствор	ГОСТ 4204—77
Кислота уксусная ледяная, плотность 1,05 г/см ³ , 10 %-ый водный раствор	ГОСТ 61—75
Кислота сульфаниловая	ГОСТ 5821—78
1-Нафтиламин	ГОСТ 8827—74

Допускается применение иных средств измерений, вспомогательных устройств, реагентов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками и квалификацией не хуже приведенных в данном разделе.

6. Требования безопасности

6.1. При работе с реагентами 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 инструкцией по эксплуатации прибора.

6.4. При работе с нитросорбидом следует учитывать его взрывоопасность и не проводить операции с веществом в больших количествах.

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, подготовка спектрофотометра, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Основной стандартный раствор нитросорбида с концентрацией 500 мкг/см³ готовят растворением 0,0500 г вещества в спирте этиловом 95 % в мерной колбе вместимостью 100 см³. Раствор устойчив в течение двух недель при хранении в холодильнике.

9.1.2. Стандартный раствор нитросорбида № 1 с концентрацией 50 мкг/см³ готовят разбавлением 10 см³ основного стандартного раствора спиртом этиловым 95 % в мерной колбе вместимостью 100 см³. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.1.3. Стандартный раствор нитросорбида № 2 с концентрацией 5 мкг/см³ готовят разбавлением 10 см³ стандартного раствора № 1 спиртом этиловым 95 % в мерной колбе вместимостью 100 см³. Раствор используют свежеприготовленным.

9.1.4. Приготовление 15 %-го водного раствора натрия гидроокиси: 15 г натрия гидроокиси вносят в фарфоровую кружку, добавляют 85 см³ дистиллированной воды при перемешивании стеклянной палочкой, раствор используют для анализа после охлаждения. Раствор устойчив в течение двух недель.

9.1.5. Приготовление 20 %-го водного раствора серной кислоты: в коническую термостойкую колбу вместимостью 200 см³, наливают 50 см³ дистиллированной воды и осторожно, при перемешивании, добавляют 11 см³ концентрированной серной кислоты (плотность 1,84 г/см³), затем добавляют 30 см³ дистиллированной воды, раствор перемешивают и охлаждают. Полученный раствор переносят в мерную колбу, вместимостью 100 см³, и доводят дистиллированной водой до метки. Раствор устойчив в течение месяца.

9.1.6. Приготовление 10 %-го водного раствора уксусной кислоты: в мерную колбу вместимостью 500 см³, наливают 300 см³ дистиллированной воды и добавляют 47,5 см³ ледяной уксусной кислоты (плотность 1,05 г/см³), раствор перемешивают и доводят дистиллированной водой до метки. Раствор устойчив в течение месяца.

9.1.7. Приготовление раствора сульфаниловой кислоты: в коническую колбу, вместимостью 200 см³, внести 0,5 г сульфаниловой кислоты и добавить 150 см³ 10 %-й уксусной кислоты.

9.1.8. Приготовление раствора 1-нафтиламина: 0,1 г 1-нафтиламина вносят в коническую термостойкую колбу, вместимостью 100 см³, добавляют 20 см³ дистиллированной воды, нагревают на кипящей водяной бане до образования на дне лиловой капли. Бесцветный раствор декантируют в коническую колбу вместимостью 200 см³, и доводят до 150 см³ 10 %-м водным раствором уксусной кислоты.

9.1.9. Приготовление реагтива Грисса-Илосвай: перед употреблением смешивают равные объемы растворов сульфаниловой кислоты и 1-нафтиламина.

Растворы сульфаниловой кислоты и 1-нафтиламина хранят в темных склянках; они пригодны к употреблению пока не приобретут бурую окраску.

Все реактивы и дистиллированная вода не должны давать положительной реакции на ион нитрита.

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 нитросорбита, устанавливают по 6 сериям растворов из 5 параллельных определений для каждой серии согласно табл. 1.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении нитросорбита

Номер стандарта	Стандартный раствор нитросорбита № 1, см ³	Стандартный раствор нитросорбита № 2, см ³	Спирт этиловый 95 %, см ³	Содержание нитросорбита в анализируемом объеме, мкг
1	0,0	0,0	10,0	0,0
2	0,0	0,2	9,8	1,0
3	0,0	0,4	9,6	2,0
4	0,0	1,0	9,0	5,0
5	0,2	0,0	9,8	10,0
6	0,4	0,0	9,6	20,0
7	0,6	0,0	9,4	30,0

Градуировочные растворы используют свежеприготовленными.

Градуировочные растворы готовят в грушевидных колбах вместимостью 50 см³. Колбу помещают в нагретую до 50 °C водяную баню на 3 мин (не больше). Затем прибавляют 0,1 см³ 15 %-го водного раствора натрия гидроокиси, перемешивают и выпаривают досуха на водяной бане при температуре бани 90—95 °C в течение 50—60 мин. Остаток в колбе растворяют в 4,0 см³ дистиллированной воды, добавляют 0,1 см³

20 %-го водного раствора серной кислоты и 1,0 см³ реактива Грисса-Илосвайя. После прибавления каждого реагента раствор перемешивают. Через 30 мин измеряют оптические плотности растворов в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волн 526 нм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества.

Строят градиуровочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градиуровочных растворов, на ось абсцисс — соответствующие им содержания нитросорбита в мкг.

Проверка градиуровочного графика проводится 1 раз в квартал или в случае использования новой партии реагентов, оборудования, после ремонта прибора.

9.4. Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 7 дм³/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, помещенный в фильтродержатель, и один поглотительный прибор, содержащий 10 см³ спирта этилового 95 %. При отборе поглотительный прибор охлаждается льдом с солью. Для измерения ½ ПДК следует отобрать 70,0 дм³ воздуха. Пробы хранят герметично в химических боксах с пришлифованными крышками в холодильнике не более трех суток.

10. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой переносят в химический бокс с пришлифованной крышкой, вместимостью 25 см³, приливают 5 см³ раствора из поглотительного прибора и оставляют на 15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр тщательно отжимают, повторно обрабатывают 5 см³ раствора из поглотительного прибора. Фильтр снова тщательно отжимают и удаляют. Оба экстракта последовательно фильтруют на химической воронке через бумажный фильтр «белая лента» в грушевидную колбу, вместимостью 50 см³. Степень десорбции вещества с фильтра — 97 %. Раствор обрабатывают аналогично градиуровочным растворам. Оптическую плотность получаемых анализируемых растворов измеряют в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 526 нм по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробам, используя чистый фильтр.

Количественное определение содержания нитросорбита проводят по предварительно построенному градиуровочному графику.

Примечание: фильтрование растворов анализируемых проб проводится для удаления нерастворимых в спирте этиловом вспомогательных веществ, входящих в состав таблеток нитросорбита.

11. Вычисление результатов измерений

Концентрацию нитросорбида (C , мг/м³) в воздухе вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a}{V}, \text{ где}$$

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

V – объем воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям, дм³.

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа представляют в виде:

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

Значение $\Delta = 0,00088 + 0,21 C$, 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 концентраций нитросорбида, 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 , $(P = 0,95, m = 2)$
0,015–0,45	$0,00088 + 0,21 C$	$0,0017 + 0,25 C$	$0,0024 + 0,39 C$

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 ме-

тодике. 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 концентрации исходной рабочей пробы (C_1) (общая концентрация не должна превышать верхнюю границу 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.

$$K = 0,0017 + 0,25 C (\text{мг}/\text{м}^3)$$

13.2. Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха рабочей зоны. Объем отобранный для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Отобранный объем 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 реагентов;

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

$$D = 0,0024 + 0,39 C (\text{мг}/\text{м}^3)$$

При превышении норматива оперативного контроля воспроизведимости 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 40 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.

Приложение 1

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, дм³;

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.

Приложение 2

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

$t, ^\circ\text{C}$	Давление $P, \text{kPa/mm рт. ст.}$									
	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	1,0986	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

**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. изосорбida 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. метазид	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. флюоцинолона 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

Печ. л. 18,0

Тираж 500 экз.

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