

**Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

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

**Сборник методических указаний
МУК 4.1.1644—4.1.1671—03**

Выпуск 43

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 4.1.1644—4.1.1671—03**

Выпуск 43

ББК 51.21

Из7

Из7 Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2007.—244 с.—Вып. 43.

ISBN 5—7508—0633—2

1. Методические указания подготовлены творческим коллективом специалистов Научно-исследовательского института медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьева, Е. М. Малинина, Е. Н. Гриун, 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 I/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.

5. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации 29.06.03.

6. Введены впервые.

ББК 51.21

Редакторы Н. Е. Акопова, Н. В. Кожока, Л. С. Кучурова

Верстка А. А. Григорьев

Технические редакторы Г. И. Климова, Е. В. Ломанова

Подписано в печать 29.12.06

Формат 60x88/16

Печ. л. 15,25

Заказ 2

Тираж 500 экз.

(1-й завод 1—300 экз.)

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 информационно-технического обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора

117105, Москва, Варшавское ш., 19а

Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2007

© Федеральный центр гигиены

и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2007

Содержание

| | |
|---|----|
| Введение..... | 6 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N-(2-амино-2-оксоэтила)ацетамида (аглиам) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1644—03 | 7 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 3-(2-амино-этил)-1Н-индол-5-ола гександиоата (1 : 1) (серотонина адипинат – 5-окситриптамина адипинат) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1645—03 | 15 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 3-(2-аминоэтил)-5-(фенилметокси)-1Н-индол-2-карбоновой кислоты (5-бензилокситриптамин-2-карбоновая кислота) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1646—03 | 23 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N-ацетиламиноэтановой кислоты (N-ацетилглицин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1647—03 | 32 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2-(10-гидроксидецил)-5,6-диметокси-3-метил-2,5-циклогександиен-1,4-диона (идебенон) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1648—03 | 40 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-O- α -D-глюкопиранозил-D-глюкозы моногидрата (D-мальтоза моногидрат, солодовый сахар) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1649—03 | 48 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2-O- β -D-глюкопирануронозил-(3 β ,20 β)-20-карбокси-11-оксо-30-норолеан-12-ен-3-ил- α -D-глюкопиранозиуроната тринатрия (глицерризинат натрия, глицират) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1650—03 | 56 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 3-[[6-O-(6-деокси- α -L-маннопиранозил)- β -D-глюкопиранозил]окси]-2-(3,4-дигидроксифенил)-5,7-дигидрокси-4Н-1-бензопиран-4-она (рутин, рутозид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1651—03..... | 64 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N-[4-[(2,4-диамино-6-птеридинил)метил] метиламино] бензоил-L-глютаминовой кислоты (метотрексат) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1652—03 | 72 |
| Измерение массовых концентраций (3 β , 5 β , 12 β)-3-[(O-2,6-дидеокси- β -D-рибо-гексопиранозил-(1 \rightarrow 4)-O-2,6-дидеокси- β -D-рибо-гексопиранозил)окси]-12,14-дигидрокси-кард-20 (22)-енолида (дигоксин) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1653—03 | 81 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 3-[(N,N-диметилбензолметанаминий)-N-этилкарбамид]-6-[(гидроксимино)-метил]-1-метил-пиридиний дийодида («1-метил-5-(2-диметилбензиламмоний)этил карбомоилпиридиний- 2-альдоксим», «дийодид») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1654—03 | 91 |

МУК 4.1.1644—1671—03

| | |
|---|-----|
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 3-[(N, N-диметилбензол-метанаминий)-N-этилкарбамид]-6-[(гидрокси-амино)метил]-1-метилпиридиний дихлорида (карбоксим) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1655—03 | 99 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N,N-дизтил-5,5-дифенил-2-пентениламина гидрохлорида (педифен) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1656—03 | 107 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2-метил-6-метокси-4-хлор-5-[N-(4,5-дигидро-1Н-имиазол-2-ил)]-пиримидинамина (моксонидин, физиотенз, цинт) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1657—03..... | 115 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 1-нитро-4-(фенилметокси)-бензола (бензиловый эфир п-нитрофенола) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1658—03 | 123 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-(1-пиперидил)-1-фенил-1-цикlopентилбут-2-ин-1-ола гидрохлорида (пентифин) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1659—03 | 131 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2,3,4,9-тетрагидро-6-(фенилметокси)-1Н-пиридо[3,4-в]индол-1-она («1-кето-6-бензилокси-1,2,3,4-тетра-гидро-β-карболин», «карболин») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1660—03 | 139 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-(фенилметокси)бензоламина гидрохлорида («бензилового эфира п-аминофенола гидрохлорид») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1661—03 | 148 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 2-[2-[5-(фенилметокси)-1Н-индол-3-ил]этил]-1Н-изоиндол-1,3(2H)-диона («N-фталил-5-бензилокситриптамин») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1662—03 | 156 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 5-(фенилметокси)-1Н-индол-3-этанамина («5-бензилокситриптамин») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1663—03 | 165 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 5-(фенилметокси)-1Н-индол-3-этанамина моногидрохлорида («5-бензилокситриптамина гидрохлорид») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1664—03 | 174 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 3-[[4-(фенилметокси)фенил]гидразон]пиперидин-2,3-диона («3-(п-бензилокси)фенилгидразон пиперидиндиона-2,3», «гидразон») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1665—03 | 183 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 5-фтор-2,4(1Н,3Н)-пиримидиндиона (фторурацил) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1666—03 | 191 |
| Спектрофотометрическое измерение 17-(цикlobутилметил)морфинан-3,14-диола 2,3-дигидроксибутандиоата (1 : 1) (буторфанола тартрат) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1667—03 | 199 |

| | |
|---|-----|
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций эндо- α -фенилбензолуксусной кислоты 8-метил-8-азабицикло[3.2.1]окт-3-илового эфира гидрохлорида (глицина гидрохлорид) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1668—03 | 207 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций этил-6-[(гидроксимино)метил]-3-пиридинкарбонат («5-этоксикарбонилпиридин-2-альдоксим», «оксимоэфир») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1669—03 | 216 |
| Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций этил-2-оксо-3-пиридинкарбоксилата («3-карбэтоксипиридон-2») в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1670—03 | 224 |
| Измерение массовых концентраций этил-4-(8-хлор-5,6-дигидро-11 Н-бензо[5,6]циклогепта[1,2-б]пиридин-11-илиден)-1-пиридинкарбоната (лоратадин, кларитин, кларатадин) в воздухе рабочей зоны методом высокоеффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1671—03 | 233 |
| <i>Приложение 1.</i> Приведение объема воздуха к стандартным условиям | 242 |
| <i>Приложение 2.</i> Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям | 243 |
| <i>Приложение 3.</i> Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ | 244 |

Введение

Сборник методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 43) 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 28 методик контроля вредных веществ в воздухе рабочей зоны разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», 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 дополнениях 1 к гигиеническим нормативам 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
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

этил-6-[(гидроксимино)метил]-3-пиридинкарбонат
(«5-этоксикарбонилпиридин-2-альдоксим»,
«оксимозэфир») в воздухе рабочей зоны

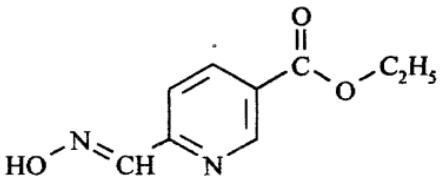
Методические указания МУК 4.1.1669—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный спектрофотометрический анализ воздуха рабочей зоны на содержание оксимозэфира в диапазоне массовых концентраций 1,5—30,0 мг/м³.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула.



2.2. Эмпирическая формула C₉H₁₀N₂O₃.

2.3. Молекулярная масса 194,21.

2.4. Регистрационный номер CAS отсутствует.

2.5. Физико-химические свойства.

Оксимоэфир – мелкокристаллический порошок бежевого цвета с температурой плавления 127–133 °С. Нерастворим в воде, растворим в 1 н водном растворе соляной кислоты, метиловом спирте, ацетоне, ментилене хлористом.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Оксимоэфир – полупродукт производства карбоксима. Является малоопасным и практически нетоксичным веществом. Обладает слабым раздражающим действием на кожные покровы и слабой кумулятивной активностью.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) оксимоэфира в воздухе рабочей зоны 3,0 мг/м³.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение массовых концентраций измерений оксимоэфира с погрешностью, не превышающей ± 14,0 %, при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерения массовых концентраций оксимоэфира выполняют методом спектрофотометрии.

Метод определения основан на способности растворов оксимоэфира в 1 н водном растворе соляной кислоты поглощать УФ-излучение.

Измерение проводят при длине волны 253 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания оксимоэфира в анализируемом объеме пробы – 10,0 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации оксимоэфира в воздухе – 1,5 мг/м³ (при отборе 7,0 дм³ воздуха).

Определению оксимоэфира не мешают гидроксиламин солянокислый, калий углекислый.

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

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Спектрофотометр Specord M-40, Carl Zeiss

Весы лабораторные ВЛА-200

ГОСТ 24104—88Е

| | |
|--|----------------|
| Аспирационное устройство, модель 822 | ГОСТ 2.6.01—86 |
| Фильтродержатель | ТУ 95.72.05—77 |
| Фильтры АФА-ХА-10 | ТУ 95-743—80 |
| Колбы мерные, вместимостью 100, 1 000 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 |
| Воронки химические, диаметром 30 мм | ГОСТ 25336—82Е |
| Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм | ГОСТ 25336—82Е |
| Дистиллятор | ТУ 61-1-721—79 |

5.2. Реактивы, растворы

| | |
|--|---------------------|
| Оксимоэфир с содержанием основного вещества не менее 95,0 % в пересчете на сухое вещество; промышленный регламент на производство карбоксима | ПР 05768527-01-2002 |
| Кислота соляная, хч, плотностью 1,19 г/см ³ , 1 н водный раствор | ГОСТ 3118—77 |
| Вода дистиллированная | ГОСТ 6709—72 |

Допускается применение иных средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими, 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 инструкцией по эксплуатации прибора.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим или средним специальным образованием, прошедшие обучение и 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 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$, атмосферном давлении 84—106 кПа и относительной влажности воздуха не более 80 %.

8.2. Выполнение измерений на спектрофотометре проводят в условиях, recommended 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 оксимоэфира с массовой концентрацией 500 мкг/см³ готовят растворением 0,0526 г вещества в 1 н водном растворе соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 100 см³. Раствор используют свежеприготовленным.

9.1.2. Стандартный раствор оксимоэфира № 1 с концентрацией 100 мкг/см³ готовят разбавлением 20 см³ основного стандартного раствора 1 н водным раствором соляной кислоты в мерной колбе, вместимостью 100 см³. Раствор используют свежеприготовленным.

9.1.3. Стандартный раствор оксимоэфира № 2 с концентрацией 10 мкг/см³ готовят разбавлением 10 см³ стандартного раствора № 1 1 н водным раствором соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 100 см³. Раствор используют свежеприготовленным.

9.1.4. Приготовление 1 н водного раствора соляной кислоты. В мерную колбу, вместимостью 1 000 см³ приливают 800 см³ дистиллированной воды, добавляют 82,2 см³ концентрированной соляной кислоты (плотность 1,19 г/см³), доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Раствор устойчив в течение 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 оксимоэфира, устанавливают по шести сериям растворов из пяти параллельных определений в каждой серии согласно табл. 1.

Таблица 1

**Растворы для установления градуировочной характеристики
при определении оксимоэфира**

| Номер стандарта | Стандартный раствор оксимоэфира № 1, см ³ | Стандартный раствор оксимоэфира № 2, см ³ | 1 н водный раствор соляной кислоты, см ³ | Содержание оксимоэфира в градуировочном растворе, мкг |
|-----------------|--|--|---|---|
| 1 | 0,0 | 0,0 | 10,0 | 0,0 |
| 2 | 0,0 | 1,0 | 9,0 | 10,0 |
| 3 | 0,0 | 2,0 | 8,0 | 20,0 |
| 4 | 0,5 | 0,0 | 9,5 | 50,0 |
| 5 | 1,0 | 0,0 | 9,0 | 100,0 |
| 6 | 1,5 | 0,0 | 8,5 | 150,0 |
| 7 | 2,0 | 0,0 | 8,0 | 200,0 |

Градуировочные растворы используют свежеприготовленными.

Подготовленные градуировочные растворы перемешивают и через 10 мин измеряют оптические плотности растворов в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 253 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 оксимоэфира (мкг).

Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в квартал или в случае изменений условий анализа, после ремонта прибора.

9.4. Отбор проб воздуха

Воздух с объёмным расходом 1,0 дм³/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА-10, помещенный в фильтродержатель. Для измерения ½ ОБУВ следует отобрать 7,0 дм³ воздуха. Пробы можно хранить в химических боксах с пришлифованными крышками в течение двух недель.

10. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой переносят в химический бокс с пришлифованной крышкой вместимостью 25 см³, приливают 5 см³ 1 н водного раствора соляной кислоты и оставляют на 10 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр тщательно отжимают и повторно обрабатывают 5 см³ 1 н водного раствора соляной кислоты, фильтр снова тщательно отжимают и удаляют. Оба раствора сливают в мерную колориметрическую про-

бирку с пришлифованной пробкой вместимостью 10 см³ и доводят 1 н водным раствором соляной кислоты до метки. Степень десорбции вещества с фильтра 97 %.

Оптическую плотность измеряют в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волн 253 нм по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробам, используя чистый фильтр.

Количественное определение содержания оксимоэфира проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

11. Вычисление результатов измерений

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

$$C = \frac{a}{V}, \text{ где}$$

a – содержание оксимоэфира в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочному графику, мкг;

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

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа представляют в виде: $C \pm \Delta$, мг/м³, $P = 0,95$. Значение $\Delta = 0,0013 + 0,14C$, мг/м³, где Δ – характеристика погрешности.

13. Контроль погрешности методики КХА

Значения характеристики погрешности, норматива оперативного контроля погрешности и норматива оперативного контроля воспроизводимости приведены в табл. 2.

Таблица 2

| Диапазон определяемых массовых концентраций оксимоэфира, 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 , ($P = 0,95$, $m = 2$) |
| 1,5–30,0 | $0,0013 + 0,14C$ | $0,0083 + 0,20C$ | $0,053 + 0,25C$ |

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 отобранный 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 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 реагентов 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

$$K = 0,0083 + 0,20C (\text{мг}/\text{м}^3).$$

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. 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

$$D = 0,053 + 0,25C (\text{мг}/\text{м}^3).$$

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 1 ч 30 мин.

Методические указания разработаны Государственным унитарным предприятием «Всероссийский научный центр по безопасности биологически активных веществ» (В. П. Жестков, А. П. Крымов, В. Ф. Алексенок, 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, отобранного 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 °C | Давление Р, 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 | 1,0986 | 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, технических, торговых
и фирменных названий веществ**

| | стр. |
|------------------------------|------|
| 1 аглиам | 7 |
| 2 N-ацетилглицин | 32 |
| 3 буторфанола тартрат | 199 |
| 4 глипина гидрохлорид | 207 |
| 5 глицерат | 56 |
| 6 глицирризинат натрия | 56 |
| 7 дигоксин | 81 |
| 8 дийодид | 91 |
| 9 идебенон | 40 |
| 10 карбоксим | 99 |
| 11 кларитин | 233 |
| 12 кларотадин | 233 |
| 13 лоратадин | 233 |
| 14 D-мальтоза моногидрат | 48 |
| 15 метотрексат | 72 |
| 16 моксонидин | 115 |
| 17 оксимоэфир | 216 |
| 18 5-окситриптамина адипинат | 15 |
| 19 педифен | 107 |
| 20 пентифин | 131 |
| 21 рутин | 64 |
| 22 серотонина адипинат | 15 |
| 23 солодовый сахар | 48 |
| 24 физиотенз | 115 |
| 25 фторурацил | 191 |
| 26 цинт | 115 |