

**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 4.1.1734—4.1.1754—03**

Выпуск 46

ББК 51.21

И37

И37 **Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008.—167 с.**

1. Подготовлены Научно-исследовательским институтом медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева, Г. В. Муравьева, Е. М. Малинина, Е. Н. Грищун, Г. Ф. Громова); Российским государственным медицинским университетом (Е. Б. Гугля, А. В. Лиманцев), при участии Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России (А. И. Кучеренко).
2. Разработаны сотрудниками Российского государственного медицинского университета Е. Б. Гуглей, А. В. Лиманцевым.
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 медицины труда».
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 июня 2003 г.
6. Введены впервые.

ББК 51.21

МУК 4.1.1734—4.1.1754—03

Измерение массовых концентраций 4,4 ^l -(2-пиридилметил)-бис(гидроксибензол)-диацетата (бисакодила) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1747—03	104
Измерение массовых концентраций стрихнидин-10-она нитрата (стрихнина нитрата) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1748—03	111
Измерение массовых концентраций 1,2,3,6-тетрагидро-2,6-диоксипиримидин-4-карбоната калия (оротата калия) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1749—03	119
Измерение массовых концентраций (трипропилен) гидроксибензола (трипропиленфенола) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1750—03	127
Измерение массовых концентраций трифенилfosфина в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1751—03	135
Измерение массовых концентраций 1-[(4-фторфенил)метил]-N-[1-[2-(4-метоксифенил)этил] пиперидин-4-ил]-1Н-бензимидазол-2-амина (астемизола) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1752—03	142
Фотометрические измерения массовых концентраций целловирицида в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1753—03	150
Измерение массовых концентраций 2-(этилтио)бензимидазола гидробромида моногидрата (бемитила) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.1754—03	159
<i>Приложение 1.</i> Приведение объема воздуха к стандартным условиям	166
<i>Приложение 2.</i> Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям	166
<i>Приложение 3.</i> Указатель основных синонимов технических, торговых и фирменных названий веществ.....	168

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

Введение

Сборник методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 46) 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 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 результата 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», ГН 2.2.5.1314—03 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) вредных веществ в воздухе рабочей зоны» и дополнениях к ним.

Методические указания по измерению массовых концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для 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

Измерение массовых концентраций

4,4'-(2-пиридинилметил)-бис(гидроксибензол)-диацетата (бисакодила) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии

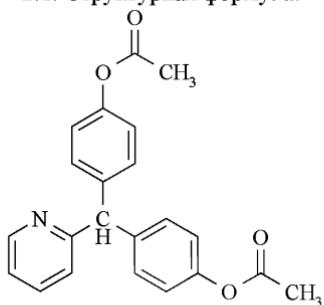
Методические указания МУК 4.1.1747—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный хроматографический анализ воздуха рабочей зоны на содержание бисакодила в диапазоне массовых концентраций от 0,025 до 0,500 мг/м³.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула.



2.2. Эмпирическая формула C₂₂H₁₉NO₄.

2.3. Молекулярная масса 361,38.

2.4. Регистрационный номер CAS 603-50-9.

2.5. Физико-химические свойства.

Бисакодил – кристаллический порошок белого или со слегка желтоватым оттенком цвета, температура плавления 130—135 °С. Практически нерастворим в воде, малорастворим в этиловом спирте, хорошо растворим в хлороформе и других органических растворителях, растворим в элюенте. Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Бисакодил обладает общетоксическим действием.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) в воздухе рабочей зоны – 0,05 мг/м³.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений массовых концентраций бисакодила с погрешностью не более ± 28 % в диапазоне массовых концентраций от 0,025 до 0,100 мг/м³ и с погрешностью не более 22 % в диапазоне массовых концентраций от 0,1 до 0,5 мг/м³ при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерения массовых концентраций бисакодила основаны на использовании высокоэффективной жидкостной хроматографии с применением спектрофотометрического детектора при длине волн 264 нм.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания бисакодила в хроматографируемом объеме раствора 0,020 мкг.

Нижний предел измерения массовых концентраций бисакодила в воздухе 0,025 мг/м³ (при отборе 800 дм³ воздуха).

Метод специфичен в условиях производства готовой лекарственной формы бисакодила. Определению не мешают сопутствующие вещества (магния карбонат, натрия карбоксиметилцеллULOЗА, лактоза, поливинилпирролидон низкомолекулярный, аэросил, твин-80).

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Хроматограф жидкостный микроколоночный

«Милихром» со спектрофотометрическим детектором

Хроматографическая колонка стальная

КАХ-44-3, 50 × 2 мм, заполненная сорбентом

Сепарон С18, фракция 5 мкм

8. Условия измерений

8.1. Приготовление растворов и подготовку 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. Измерения на жидкостном хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерения

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Стандартный раствор № 1 бисакодила в растворе элюента концентрацией 1 мг/см³ готовится растворением 25 мг вещества в мерной колбе вместимостью 25 см³.

9.1.2. Стандартный раствор № 2 бисакодила в растворе элюента концентрацией 100 мкг/см³ готовится разбавлением 5 см³ стандартного раствора № 1 элюентом в мерной колбе на 50 см³. Растворы устойчивы в течение двух недель при хранении в холодильнике.

9.1.3. Раствор дигидрофосфата калия концентрацией 0,02 М готовят растворением 1,36 г указанной соли в 500 см³ дистиллированной воды в колбе данного объема.

9.1.4. Раствор элюента готовят смешиванием с помощью мерного цилиндра 150 см³ 0,02 М раствора дигидрофосфата калия и 350 см³ ацетонитрила. Раствор доводят до pH 6 ортофосфорной кислотой. Непосредственно перед измерением раствор фильтруют с помощью набора для фильтрации растворов.

9.2. Подготовка прибора

Общую подготовку прибора осуществляют согласно инструкции по эксплуатации.

9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость величины хроматографического сигнала от массы анализируемого вещества в хроматографируемом объеме пробы, устанавливают по методу абсолютной градуировки с использованием серии градуировочных растворов согласно табл. 1. Растворы можно хранить в течение двух недель в холодильнике.

Растворы помещают в пробоотборное устройство хроматографа. Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб:

друг от друга на величину большую, чем норматив оперативного контроля воспроизводимости D :

$$|C_1 - C_2| \leq D$$

При превышении расхождения между двумя результатами 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. Отбирают реальные пробы воздуха рабочей зоны из одного традиционного места отбора двумя пробоотборниками одновременно. Затем к одной пробе, отобранный на фильтр, добавляют анализируемый компонент δC из раствора, нанося его на фильтр. Результаты анализа C_1 без добавки и C_2 с добавкой получают по возможности в одинаковых условиях: одним аналитиком, с одной партией реактивов, одним набором посуды и т. д. Величина добавки δC должна соответствовать 50—150 % от содержания компонента в пробе, а величина C_2 не должна выходить за верхнюю границу диапазона измерения.

Погрешность процедуры отбора проб контролируют путем поверки используемых пробоотборников. Расчет норматива оперативного контроля погрешности К проводят по характеристике погрешности методики за вычетом характеристики погрешности пробоотборника. Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия:

$$|C_2 - C_1 - \delta C| \leq K$$

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

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб при последовательном отборе проб воздуха требуется 3 ч.

Методические указания разработаны Российским государственным медицинским университетом (Гугля Е. Б.).

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 3

**Указатель основных синонимов технических,
торговых и фирменных названий веществ**

№ п/п	Синоним	Стр.
1	Аминостигмин	29
2	Астемизол	142
3	Бемитил	158
4	Бисакодил	104
5	Диэтиловый эфир угольной кислоты	67
6	Кокарбоксилаза	6
7	Лорасепт	45
8	1-Метокси-2-пропилацетат	97
9	Напроксен	90
10	Оротат калия	119
11	<i>пара</i> -Толуолсульфокислота	60
12	Прозерин	21
13	Проксифеин	37
14	Стрихнина нитрат	111
15	<i>трет</i> -Бутилгипохлорит	52
16	Трипропиленфенол	127
17	Трифенилфосфин	59