

**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 4.1.2692—4.1.2700—10**

**Выпуск 52**

ББК 51.21

ИЗ7

**ИЗ7 Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны. Вып. 52: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011.—112 с.**

1. Методические указания подготовлены коллективом авторов Научно-исследовательского института медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Н. С. Горячев, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Н. М. Данилова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 10 июня 2010 г. № 1).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 2 августа 2010 г.

4. Введены в действие с 1 октября 2010 г.

5. Введены впервые.

**ББК 51.21**

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 12.01.11

Формат 60x88/16

Тираж 200 экз.

Печ. л. 7,5

Заказ 3

Федеральная служба по надзору  
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека  
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18, стр. 5, 7

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован  
отделом издательского обеспечения  
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора  
117105, Москва, Варшавское ш., 19а  
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2011

© Федеральный центр гигиены и  
эпидемиологии Роспотребнадзора, 2011

## Содержание

Введение.....	4
Измерение массовых концентрации 3-[3-(4-бром-1,1-бифенил-4-ил)3-гидрокси-1-фенилпропил]-4-гидрокси-2Н-1-бензопиран-2-он (бромадиолон) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2692—10.....	5
Измерение массовых концентраций 3-[3-(4-бром-1,1-бифенил-4-ил)-1,2,3,4-тетрагидро-1-нафталин-енил]-4-гидрокси-2Н-1-бензопиран-2-он (бродифакум) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2693—10.....	17
Измерение массовых концентраций 2,3-дидегидро-3-деокситимидина (ставудин) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2694—10.....	28
Катализатора изомеризации лёгких бензиновых фракций СИ-2 (по диоксиду циркония) в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом: МУК 4.1.2695—10.....	40
Измерение массовых концентрации пиретрума натурального очищенного концентрата (пиретрум) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2696—10.....	53
Измерение массовых концентраций 1,3,5,7-тетраазатрицикло-[3.3.1.1]декана (гексаметилентетрамина, уротропина) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2697—10.....	68
Измерение массовых концентраций 1,3-тиазол-5-илметил N-[(2S,3S,5S)-3-гидрокси-5[[[(2R)-3-метил-2[[метил-[(2-пропан-2-ил-1,3-тиазол-4-ил)метил]карбамоил]амино] бутаноил]амино]-1,6-дифенилгексан-2-ил]карбамата (ритонавир) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2698—10.....	79
Измерение массовых концентраций 1-этоксипропан-2-ола (ЭП, этилпрокситол) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2699—10.....	89
Измерение массовых концентраций эндо-(±)-α-(гидроксиметил)бензолуксусной кислоты 8-метил-8-забицикло[3.2.1] окт-3-илового эфира, сульфата (2 : 1) (атропина сульфат) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2700—10.....	100
<i>Приложение 1.</i> Приведение объема воздуха к стандартным условиям.....	112
<i>Приложение 2.</i> Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям.....	112
<i>Приложение 3.</i> Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ.....	113
<i>Приложение 4.</i> Вещества, определяемые по ранее утверждённым «Методическим указаниям по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны».....	112

## Введение

Сборник Методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 52) разработан с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочным безопасным уровням воздействия (ОБУВ) и является обязательным при осуществлении санитарного контроля.

Включенные в данный сборник методические указания по контролю вредных веществ в воздухе рабочей зоны разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.016-79 «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ» с изм. № 1, ГОСТ 12.1.005—88 ССБТ «Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны», ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений» с изм. №1 и № 2, ГОСТ Р ИСО 5725-2002 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

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 2.2.5.2308—07 «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 лабораторий «ФГУЗ ЦГ и Э», 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

Руководитель Федеральной службы  
по надзору в сфере защиты прав  
потребителей и благополучия человека,  
Главный государственный санитарный  
врач Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

2 августа 2010 г.

Дата введения: 1 октября 2010 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ  
ИЗМЕРЕНИЕ МАССОВЫХ КОНЦЕНТРАЦИЙ

Катализатора изомеризации лёгких бензиновых фракций  
СИ-2 (по диоксиду циркония) в воздухе рабочей зоны  
фотометрическим методом\*

Методические указания

МУК 4.1.2695—10

---

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный анализ воздуха рабочей зоны на содержание диоксида циркония (ДЦ) фотометрическим методом в диапазоне массовых концентраций от 2 до 20 мг/м<sup>3</sup>. Погрешности измерений соответствуют характеристикам, приведенным в таблице 1. Методика аттестована в соответствии с ГОСТ Р 8.563-96, ГОСТ Р ИСО 5725-2002. Свидетельство о метрологической аттестации № 01-09, выдано АНО сертификационным центром «ЯрТЕСТ».

2. Характеристика вещества

- 2.1. Эмпирическая формула ZrO<sub>2</sub>
- 2.2. Молекулярная масса 123,22
- 2.3. Регистрационный номер CAS 1314-23-4
- 2.4. Физико-химические свойства

Диоксид циркония – белый кристаллический порошок, плотность 5,68 г/см<sup>3</sup>, температура плавления 2700 °С, температура кипения 4300 °С.

---

\* МУК разработан на основании ранее утвержденной методики «Методические указания на фотометрическое определение циркония и его соединений в воздухе» МУ № 1636—77.

Нерастворим в воде, щелочах, кислотах, кроме фтористоводородной и концентрированной серной кислот. В воздухе находится в виде аэрозоля.

#### 2.5. Токсикологическая характеристика

Катализатор изомеризации легких бензиновых фракций СИ-2 обладает фиброгенным действием.

Предельно допустимая среднесменная концентрации (ПДК) в воздухе рабочей зоны (по диоксиду циркония)  $4 \text{ мг/м}^3$ , 3 класс опасности.

### 3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Настоящая методика количественного химического анализа (КХА) диоксида циркония обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, значения которых не превышают представленных в табл. 1 (при доверительной вероятности  $p = 0,95$ ). Значения метрологических показателей методики приведены в виде зависимости от значения массовой концентрации  $C$  анализируемого компонента в пробе. Систематическая погрешность незначима.

Таблица 1

Результаты метрологической аттестации методики количественного химического анализа

Диапазон определяемых массовых концентраций диоксида циркония, $\text{мг/м}^3$	Повторяемость $\sigma_r$ , $\text{мг/м}^3$	Воспроизводимость $\sigma_R$ , $\text{мг/м}^3$	Показатель точности (границы расширенной неопределенности) $\pm U$ , $\text{мг/м}^3$	Границы систематической погрешности пробоотбора $\pm \delta_o$ , %
От 2,0 до 20,0	$0,08C$	$0,11C$	$0,22C$	5

### 4. Метод измерений

Измерение массовых концентраций диоксида циркония основано на взаимодействии ионов циркония с пирокатехинсульфофталеином с образованием окрашенного соединения и на последующем фотометрировании при длине волны 530 нм с использованием зелёного светофильтра.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр АФА-ХП-20.

Нижний предел измерения содержания диоксида циркония в анализируемой пробе 13 мкг.

Нижний предел измерения концентрации диоксида циркония в воздухе  $2 \text{ мг/м}^3$  (при отборе  $6,5 \text{ дм}^3$  воздуха).

Метод селективен в условиях производства катализатора изомеризации лёгких бензиновых фракций СИ-2.

Определению не мешают алюминий, ванадий, железо(III) и титан при содержании в пробе до 100 мкг. Определению мешает цирконий и его другие соединения.

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

### *Средства измерений*

Фотоэлектрический колориметр КФК-3КМ	ГОСТ 12083, Госреестр СИ № 31884-06
Весы лабораторные ВЛР-200	ГОСТ 24108, Госреестр СИ № 4233-92
Набор гирь Г-2-210	ГОСТ 7328—2001
Пробоотборное устройство ПУ-2Э,	ГОСТ Р 51945, Госреестр СИ №14531-03
Секундомер электрический ПВ-53 Щ,	ГОСТ 8.286—78
рН-метр Мультигест ИПЛ-301,	Госреестр СИ № 21545—01
Пипетки градуированные 1-2-2-1, -2, -5, -10,	ГОСТ 29227—97
Автоматическая пипетка «Ленпипет» типа Дигитал 0,01—0,1 см <sup>3</sup>	
Колбы мерные, 2-25-2, 2-100-2, 2-250-2, 2-500-2 и 2-1000-2 ПМ ХС,	ГОСТ 1770—74
Пробирки П-1-10-0,1 ХС	ГОСТ 25336—82
Термометр ТЛ-2	ГОСТ 215—73
Барометр-анероид	ГОСТ 2504—95
Секундомер механический	ТУ 25-1894.003—90

### *5.2. Вспомогательные устройства*

Пробирки колориметрические, плоскодонные	ГОСТ 25336—82
Чашки фарфоровые	ГОСТ 9147—82
Пробирки центрифужные П-1-10	ГОСТ 1770—74
Бюксы 50/30	ГОСТ 23932—90
Ступка фарфоровая с пестиком,	ГОСТ 9147
Тигли платиновые	ГОСТ 6563
Центрифуга, ЦЛУ 1	ТУ 10-23-306—86
Печь муфельная	ТУ 79-337—77
Баня водяная, Лаб-ТБ-4	

### 5.3. Реактивы

Цирконий хлорокись 8-водный, производство Alfa Aesar, A12342, содержание основного компонента не менее 98 %	
Соляная кислота концентрированная, хч	ГОСТ 3118—77
Пирокатехиновый фиолетовый, чда	ТУ 6-09-07-1087—78
Аммиак, 25-процентный раствор, чда	ГОСТ 3760—79
Аммоний уксуснокислый, ч	ГОСТ 3117—78
Кислота уксусная ледяная, хч	ГОСТ 61—75
Метиловый оранжевый, чда	ГОСТ 10816—84
Натрий углекислый безводный, хч	ГОСТ 83—79
Натрий тетраборнокислый 10-водный, хч	ГО-76СТ 4199—76
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Трилон Б, ч	ГОСТ 10562—73
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Магний хлористый, ч	ГОСТ 4209—77

### 5.3. Материалы

Фильтры АФА-ХП-20	ТУ 95-1892—89
Фильтры беззольные (синяя лента)	ТУ 6-09-1678—86

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

## 6. Требования безопасности

6.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007—76, ГОСТ 12.1.005—88.

6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ соблюдают меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91.

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

6.4. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90. Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и ГН 2.2.5.2308—07.



6.5. Необходимо провести обучение работающих безопасности труда по ГОСТ 12.0.004—90.

## 7. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке результатов допускают лиц со средним специальным или высшим образованием, имеющих опыт работы в химической лаборатории, прошедших обучение и владеющих техникой фотометрического анализа, а также освоивших метод анализа.

## 8. Условия измерений

8.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят при температуре воздуха  $(20 \pm 5)$  °С, атмосферном давлении 84—106 кПа и относительной влажности воздуха не более 80 %.

8.2. Измерения на фотоколориметре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

## 9. Подготовка к выполнению измерения

### 9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Для приготовления буферного раствора растворяют 27 г уксуснокислого аммония в 900 см<sup>3</sup> воды, прибавляют по каплям уксусную кислоту до pH 5,3, который контролируют с помощью pH-метра и доливают водой до 1000 см<sup>3</sup>.

9.1.2. 5-процентный раствор трилона Б готовят растворением навески 1,25 г в 23,75 см<sup>3</sup> дистиллированной воды.

9.1.3. 0,1-процентный раствор пирокатахинового фиолетового готовят растворением навески 0,25 г в дистиллированной воде в колбе вместимостью 250 см<sup>3</sup>.

9.1.4. Раствор соляной кислоты концентрацией 0,5 моль/дм<sup>3</sup> (1,8 %) готовят разбавлением концентрированной кислоты в колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Для этого в колбу вносят 1,5 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой.

9.1.5. Раствор соляной кислоты концентрацией 2,0 моль/дм<sup>3</sup> (7,0 %) готовят разбавлением концентрированной кислоты в колбе вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Для этого в колбу вносят 6,0 см<sup>3</sup> концентрированной соляной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой.

9.1.6. 0,05-процентный раствор метилового оранжевого готовят растворением навески 0,25 г в дистиллированной воде в колбе вместимостью 500 см<sup>3</sup>.

Растворы устойчивы в течение месяца.

### 9.2. Подготовка реакционной массы (плавля)

Тщательно растирают в фарфоровой ступке 3 части натрия углекислого и 2 части прокаленного натрия тетраборнокислого. К 100 г полученной смеси прибавляют 1 г безводного хлористого магния и снова растирают в однородную массу.

### 9.3. Подготовка прибора

Общую подготовку прибора осуществляют согласно инструкции по его эксплуатации.

### 9.4. Подготовка стандартного раствора

Стандартный раствор № 1 с содержанием циркония  $0,148 \text{ мг/см}^3$  готовят в мерной колбе на  $100 \text{ см}^3$  растворением  $(0,0523 \pm 0,0001) \text{ г}$  хлороксида циркония в  $0,5 \text{ моль/дм}^3$  раствора соляной кислоты. Раствор устойчив в течение месяца

### 9.5. Подготовка градуировочных растворов

Градуировочные растворы готовят в мерных колбах вместимостью  $25 \text{ см}^3$ . Для этого в каждую колбу вносят пипеткой стандартный раствор циркония № 1 в соответствии с табл. 2, соляную кислоту и трилон Б и тщательно перемешивают. Растворы №№ 1—3 готовят с помощью пипетки вместимостью  $0,1 \text{ см}^3$ , №№ 4—6 – пипетки вместимостью  $0,5 \text{ см}^3$ .

Суммарная стандартная расширенная неопределенность процедуры приготовления градуировочных растворов не превышает 1,5 %.

Градуировочные растворы используют свежеприготовленными.

Таблица 2

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении диоксида циркония**

Растворы	Номер градуировочного раствора					
	1	2	3	4	5	6
Объём стандартного раствора, $\text{см}^3$	0	0,05	0,1	0,2	0,3	0,5
Соляная кислота, $2 \text{ моль/дм}^3$ раствор, $\text{см}^3$	5,0	4,95	4,9	4,8	4,7	4,5
Трилон Б, 5-процентный раствор, $\text{см}^3$	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Содержание циркония*, $\text{мкг}$	0	7,4	14,8	29,6	44,4	74,0

\*Для пересчёта на диоксид циркония пользуются коэффициентом пересчёта (см. п.13.1)

### 9.6. Установление градуировочной характеристики

Во все растворы шкалы, приготовленные в колбах на 25 см<sup>3</sup>, прибавляют по 1 капле 0,05 %-го раствора метилового оранжевого и осторожно нейтрализуют 25 %-м раствором аммиака до перехода окраски в желтый цвет. Затем прибавляют по каплям раствор соляной кислоты концентрацией 2 моль/дм<sup>3</sup> до перехода окраски в оранжевый цвет, 8—10 см<sup>3</sup> буферного раствора, 0,7 см<sup>3</sup> 0,1 % раствора пирокатахинового фиолетового и доводят до метки колбы буферным раствором. Через 30 мин фотометрируют в кюветах с толщиной оптического слоя 0,5 см при длине волны 530 нм (зеленый светофильтр) по сравнению с холостой пробой, которую готовят одновременно и аналогично рабочим пробам (раствор № 1 по табл. № 2).

Измеряют оптическую плотность и на основании результатов измерений строят градуировочную зависимость оптической плотности при измерении *i*-го раствора массы *m* циркония в объеме раствора, в мкг.

### 9.7. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль проводится не реже одного раза в квартал, а также после ремонта и поверки прибора. Для контроля стабильности готовят три градуировочных раствора в начале, середине и конце интервала измерения по п. 9.5 и выполняют измерения по п. 9.6.

Критерием стабильности градуировочной характеристики является доверительный интервал значений оптической плотности, рассчитанный для каждого градуировочного раствора следующим образом:

– рассчитывают среднее арифметическое значение оптической плотности для *i*-го градуировочного раствора ( $\bar{S}_i$ ), измеренной при установлении градуировочной характеристики.

$$\bar{S}_i = \frac{\sum_{i=1}^n S_{ni}}{n}, \text{ где}$$

$S_{ni}$  – оптическая плотность, измеренная при *n*-м измерении для *i*-го градуировочного раствора;

*n* – число измерений в градуировочной смеси;

– рассчитывают среднее квадратичное отклонение измерений оптической плотности для *i*-го градуировочного раствора ( $\bar{S}_{oi}$ ):

$$S_{0i} = \frac{(\sum (S_{ni} - \bar{S}_{ni})^2)^{0,5}}{(n-1)^{0,5}};$$

– рассчитывают отклонение  $\varepsilon$  от среднего значения  $n$  измерений оптической плотности для  $i$ -го градуировочного раствора:

$$\varepsilon = \frac{t_{f,p} \cdot S_i}{n^{0,5}},$$

– рассчитывают границы доверительного интервала:

$$S_{i\min} = \bar{S}_i - \varepsilon, \quad S_{i\max} = \bar{S}_i + \varepsilon, \quad \text{где}$$

$t_{f,p}$  – коэффициент Стьюдента при  $f$  степеней свободы и двусторонней доверительной вероятности  $p$ . Для  $n = 6$   $f = n - 1 = 5$ ,  $P = 95\%$ ,  $t_{f,p} = 2,57$ .

Результат контрольной процедуры (стабильность градуировочной характеристики) признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$S_{i\min} \leq S_{ki} \leq S_{i\max},$$

где  $S_{ki}$  – значение оптической плотности, полученного при контрольном измерении для выбранного градуировочного раствора, условные единицы.

В случае невыполнения выше указанного условия для двух из трех измерений градуировочную характеристику устанавливают заново.

## 10. Отбор проб воздуха

Отбор проб проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны», в соответствии с Р 2.2.2006-05, прилож. 9, п. 3: «контроль соответствия среднесменным ПДК».

Воздух с объёмным расходом 10 дм<sup>3</sup>/мин аспирируют через фильтр АФА-ХП-20. Для измерения 1/2 ПДК диоксида циркония достаточно отобрать 6,5 дм<sup>3</sup> воздуха. Пробы можно хранить в бюксе в течение недели.

## 11. Выполнение измерений

После отбора пробы фильтр переносят в платиновый тигель и озолюют на газовой горелке или в муфельной печи. К остатку добавляют 2 г плавня и тигель помещают в передней части нагретой муфельной печи. Когда прекратится вспенивание, тигель продвигают на середину печи и выдерживают до полной прозрачности плава. При температуре около 900 °С сплавление продолжается 5 мин. По охлаждении в тигель нали-

вают 10 см<sup>3</sup> воды и помещают на кипящую водяную баню. При нагревании плав отходит от стенок тигля, жидкость с осадком переносят в центрифужную пробирку, тигель промывают 2 см<sup>3</sup> воды, сливая раствор в ту же пробирку, и центрифугируют при 2000 об/мин. Затем жидкость сливают с осадка, осадок дважды промывают дистиллированной водой по 5 см<sup>3</sup> с последующим центрифугированием. Далее раствор сливают с осадка и осадок растворяют 5 см<sup>3</sup> 2 моль/дм<sup>3</sup> раствора соляной кислоты при нагревании на кипящей водяной бане. После растворения осадка жидкость переносят в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора. Измерение проводят согласно п. 9.6.

Выполняют два единичных измерения в условиях повторяемости (один и тот же раствор анализирует один оператор на одном экземпляре прибора практически в одно и то же время).

## 12. Определение степени извлечения с фильтра

Для определения степени извлечения на фильтр наносят пипеткой 0,05—0,25 см<sup>3</sup> ( $v_p$ ) стандартного раствора. Далее проводят измерение согласно п.11 и определяют количество циркония в анализируемой пробе  $m_a$ . Рассчитывают степень извлечения  $K_u$  по формуле

$$K_u = \frac{m_a}{v_p \cdot C_{ст}}, \text{ где}$$

$m_a$  – масса циркония в анализируемой пробе, мкг;

$v_p$  – объём наносимого на фильтр раствора, см<sup>3</sup>;

$C_{ст}$  – концентрация стандартного раствора.

За степень извлечения принимают значение среднего арифметического из всех опытов. Степень извлечения должна составлять не менее 0,77.

## 13. Вычисление результатов измерений

13.1. Расчёт содержания диоксида циркония в анализируемой пробе

Содержание диоксида циркония в общем объёме пробы  $X$ , мкг определяют по формуле:

$$X_{1(2)} = m_{1(2)} \cdot \frac{K_1}{K_u}, \text{ где}$$

$m_{1(2)}$  – содержание циркония во всем объёме раствора пробы, определенное по градуировочной зависимости для двух измерений, выполненных в условиях повторяемости, мкг;

$K_1$  – коэффициент пересчета, равный отношению молекулярных масс диоксида циркония и циркония,  $K_1 = M_{ZrO_2} / M_{Zr} = 1,35$ ;

$K_u$  – степень извлечения вещества с фильтра 0,77.

### 13.2. Контроль повторяемости

Проводят при каждом анализе. Результат контроля повторяемости признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|X_1 - X_2| \leq r, \text{ где}$$

$X_{(1,2)}$  – значения результатов измерений содержания диоксида циркония, полученные в условиях повторяемости, мкг;

$r$  – предел повторяемости, приведённый в табл. 3, мкг.

### 13.3. Проверка приемлемости результатов измерений

При положительном заключении о контроле повторяемости результаты измерений, выполненные в условиях повторяемости, признают приемлемыми. За результат испытания принимают значение среднего арифметического результатов измерений содержания диоксида циркония, полученных в условиях повторяемости.

При отрицательном заключении о контроле повторяемости дополнительно получают ещё один результат измерений. Если при этом расхождение максимального и минимального значений ( $X_{\max} - X_{\min}$ ) мкг из результатов трёх измерений равен или менее критического диапазона для трёх измерений  $CR_r$  (из 3), мкг, рассчитанного по формуле:

$$CR_r \text{ (из 3)} = 1,19 \cdot r, \text{ где}$$

$r$  – значение характеристики повторяемости, приведённое в табл. 3, то в качестве результата испытания фиксируется среднее арифметическое значение результатов трёх измерений.

При превышении предела повторяемости для трёх измерений в качестве результата испытания фиксируется медиана трёх измерений, т.е. выбирается второе по значению измерение в ряду расположенных по возрастанию значений.

### 13.4. Расчёт массовой концентрации диоксида циркония в воздухе

Массовую концентрацию диоксида циркония в воздухе рабочей зоны ( $C$ , мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{X}{V_{20}}, \text{ где}$$

$V_{20}$  – объём воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (прилож. 1),  $\text{дм}^3$ ;

$X$  – содержание диоксида циркония в общем объёме пробы,  $\text{мкг}$ .

#### 14. Оформление результатов измерений

Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$C \pm U$ ,  $\text{мг}/\text{м}^3$  ( $P=0,95$ ), где

$C$  – значение результатов измерения массовой концентрации диоксида циркония,  $\text{мг}/\text{м}^3$

$U$  – границы расширенной неопределённости по табл. 1,  $\text{мг}/\text{м}^3$

В случае, если полученный результат измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация диоксида циркония в воздухе рабочей зоны менее  $2 \text{ мг}/\text{м}^3$  (более  $20 \text{ мг}/\text{м}^3$ )».

#### 15. Контроль результатов измерения

##### 15.1. Контроль прецизионности

15.1.1. Контроль повторяемости проводят при каждом измерении по п. 13.2.

15.1.2. Контроль воспроизводимости.

Контроль воспроизводимости проводят на реальных пробах с участием двух лабораторий.

Общий объём раствора, полученный при выполнении анализа делят пополам, выполняют измерения по п. 9.6 и обработку результатов измерений по п. 13.1—13.3.

Результат контроля воспроизводимости признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|X_1 - X_2| \leq R,$$

где  $X_{(1,2)}$  – значения результатов измерений содержания диоксида циркония в анализируемом объёме пробы, полученные в условиях воспроизводимости,  $\text{мкг}$ ;

$R$  – предел контроля воспроизводимости, приведённый в табл. 3,  $\text{мкг}$

##### 15.2. Контроль правильности

Образцом для контроля правильности является фильтр АФА-ХП-20, на который наносят раствор хлорокиси циркония.

Принятое опорное значение массы циркония в образце для контроля, аттестованное по процедуре приготовления ( $m_{OK}$ ), составляет  $7,4$ — $74 \text{ мкг}$

(или 10—100 мкг в пересчете на диоксид циркония). Для приготовления образца для контроля 0,05—0,5 см<sup>3</sup> стандартного раствора наносят на фильтр АФА-ХП, помещенный в бюкс.

Суммарная стандартная неопределенность процедуры приготовления образца не превышает 3 %.

Обработку фильтра и измерения выполняют в соответствии с п. 11 настоящей методики, обработку результатов измерений проводят по п. 13.1—13.3.

Результат контрольной процедуры признают удовлетворительным при выполнении условия:

$$LCL \leq m_k \leq UCL, \text{ где}$$

$m_k$  – значение результата контрольного измерения, мкг;

$LCL(UCL)$  – нижний (верхний) предел контроля правильности, мкг, по табл. 3

При отрицательном результате контроля правильности выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

Таблица 3

Значения нормативов контроля точности измерений

Диапазон измерений содержания диоксида циркония в пробе, мкг	Предел контроля повторяемости, $r$ , мкг ( $n = 2$ , $P = 95 \%$ )	Предел контроля воспроизводимости, $R$ , мкг ( $p = 2$ , $P = 95 \%$ )	Пределы контроля правильности ( $P=90\%$ )	
			нижний $LCL$ , мкг	Верхний $UCL$ , мкг
от 10 до 100 вкл.	$0,24 \bar{X}^*$	$0,30 \bar{X}^{**}$	$m_{OK} - 0,18 m_{OK}$	$m_{OK} + 0,18 m_{OK}$

$\bar{X}^*$  – значение среднего арифметического результатов двух единичных измерений, выполненных в условиях повторяемости, мкг;

$\bar{X}^{**}$  – значение среднего арифметического результатов двух измерений, выполненных в условиях промежуточной прецизионности с факторами различия: время, оператор, мкг.

$m_{OK}$  – принятое опорное значение массы диоксида циркония в образце для контроля, мкг

## 16. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов (без учёта времени на градуировку) требуется 4 часа.



МУК 4.1.2695—10

Методические указания разработаны ГОУ ВПО «Российский государственный медицинский университет» (РГМУ) (Н. Г. Иванов, Е. Б. Гугля).

### Приведение объёма воздуха к стандартным условиям

Приведение объёма воздуха к стандартным условиям при температуре 293 К (20 °С) и атмосферном давлении 101,33 кПа (760 мм рт.ст.):

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33}, \text{ где}$$

$V_t$  – объём воздуха, отобранный для анализа,  $\text{дм}^3$ ;

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

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

Для удобства расчёта  $V_{20}$  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

Давление P, кПа/мм рт. ст.										
t °С	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.
Атропин сульфат .....	99
Бродифакум.....	17
Бромадиолон .....	5
Гексаметилентетрамин .....	67
Диоксид циркония.....	40
Пиретрум.....	52
Ритонавир.....	78
Ставудин .....	28
Уротропин.....	67
ЭП.....	88
Этилпрокситол.....	88

**Вещества, определяемые по ранее утверждённым  
«Методическим указаниям по измерению концентраций  
вредных веществ в воздухе рабочей зоны»**

Название вещества	Ссылка на опубликованные методические указания
1. Препарат «Кормофит»	Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций фитолиазы в воздухе рабочей зоны МУК 4.1.1640—03, дата ут. 29 июня 2003 г., вып. 42, М., 2006, стр. 212
2. Фирменный препарат «Конзим»	Фотометрическое измерение массовых концентраций эндо-1,3в-ксилаказы (ксилаказы) в воздухе рабочей зоны МУК 4.1.1642—03, дата утв. 29 июня 2003 г., вып. 42, М., 2006, стр. 231
3. Препарат «Имудон»	Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций $\alpha$ -4-О-4-0- $\alpha$ -D-галактопиранозил- $\alpha$ -D-глюкозы моногидрата (лактоза моногидрат, лактоза, молочный сахар) в воздухе рабочей зоны МУК 4.1.1687—03, дата утв. 29 июня 2003 г., вып. 44, М., 2007, стр. 81