Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Метод спектрофотометрического измерения концентрации цианида калия в смывах с кожных покровов

Методические указания
МУК 4.1.977—00

Издание официальное

Минздрав России
Москва • 2000

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Метод спектрофотометрического измерения концентрации цианида калия в смывах с кожных покровов

Методические указания
МУК 4.1.977—00

ББК 51.1(2)1
М54

М54 Метод спектрофотометрического измерения концентрации цианида калия в смывах с кожных покровов: Методические указания.—М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2000.—11 с.

ISBN 5—7508—0248—5

1. Разработаны НИИ медицины труда и экологии человека ВСНЦ г. Ангарск (Дорогова В. Б., Хомутова В. А., Дедкова Л. А.) и НИИ медицины труда РАМН (Макеева Л. Г.).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Министерстве здравоохранения Российской Федерации (протокол № 11 от 22 сентября 1999 г.)

3. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации 20 июня 2000 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.1(2)1

Редакторы Аванесова Л. И., Акопова Н. Е.
Технический редактор Смирнов В. В.

Подписано в печать 05.07.00

Формат 60x90/16 Печ. л. 0,75

Тираж 3000 экз. Заказ 90

ЛР № 021232 от 23.06.97 г.

Министерство здравоохранения Российской Федерации
101431, Москва, Рахмановский пер., д. 3

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
Издательским отделом
Федерального центра госсанэпиднадзора Минздрава РФ
125167, Москва, проезд Аэропорта, 11.
Отделение реализации, тел. 198-61-01

ISBN 5—7508—0248—5

© Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2000

Содержание

1. Общие положения и область применения 4
2. Характеристика вещества 5
3. Погрешность измерений 5
4. Метод измерений 5
5. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы 5
5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы 6
5.2. Реактивы, растворы 6
6. Требования безопасности 6
7. Требования к квалификации операторов 7
8. Условия измерений 7
9. Подготовка к выполнению измерений 7
9.1. Приготовление растворов 7
9.2. Подготовка прибора 8
9.3. Установление градуировочной характеристики 8
9.4. Условия проведения смыва 8
10. Проведение измерения 9
11. Вычисление результатов измерений 9
12. Оформление результатов 9
13. Контроль погрешности методики 10
13.1. Оперативный контроль воспроизводимости 10
13.2. Оперативный контроль погрешности 11
14. Нормы затрат времени на анализ 11

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации – Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
20 июня 2000 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Метод спектрофотометрического измерения концентрации цианида калия в смывах с кожных покровов

Методические указания
МУК 4.1.977—00

1. Общие положения и область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику проведения спектрофотометрического количественного химического анализа проб смывов с кожных покровов работающих для определения в них содержания цианида калия в диапазоне концентраций от 0,000013 до 0,0018 мг/см^2 (в пересчете на HCN).

Методические указания разработаны в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования» и ГОСТ Р8.563—96 «Методики выполнения измерений».

Методические указания предназначены для применения в лабораториях предприятий, организаций и учреждений, где возможен контакт работающих с цианистым калием и других лабораториях, аккредитованных в установленном порядке на право проведения таких исследований.

Издание официальное

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России.

2. Характеристика вещества

2.1. Эмпирическая формула – KCN.

2.2. Молекулярная масса – 65,12.

2.3. Регистрационный номер по CAS № 151—50—8.

2.4. Физико-химические свойства.

Калия цианид – бесцветный кристаллический порошок без запаха. Температура плавления – 634,5 °С. Растворимость в воде составляет 716 г/дм^3 при 25 °С.

2.5. Токсикологическая характеристика.

Калия цианид – сильно токсичное вещество 2 класса опасности, действующее на кожу.

2.6. Предельно допустимый уровень на коже – 0,00006 мг/см^2 по HCN.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений цианида калия в смывах с кожных покровов с погрешностью, не превышающей ± 19,2 % при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерения массовой концентрации цианида калия выполняют методом спектрофотометрии.

Метод определения основан на взаимодействии цианида калия с хлорамином Т и с пиридин-барбитуровым реактивом, с образованием окрашенного полиметиленового соединения.

Измерение производят при длине волны 586 нм. В качестве смывающей жидкости используют дистиллированную воду.

Нижний предел измерения синильной кислоты в анализируемом объеме пробы 0,1 мкг.

Нижний предел измерения концентрации HCN в смыве – 0,000013 мг/см^2.

Определению не мешают аммиак и карбонат калия, могут мешать роданид-ионы. В присутствии роданид ионов необходимо предусмотреть дополнительную операцию – кипячение пробы раствора.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Спектрофотометр СФ-46 (26), допускаемая погрешность ± 0,5 %; спектральный диапазон 190—1100 нм, или фотоэлектроколориметр КФК-3, предел допускаемого отклонения не более 0,3 %; спектральный диапазон 315—980 нм	
Весы лабораторные аналитические с погрешностью взвешивания не более ± 0,0002 г	ГОСТ 24104—88Е
Весы лабораторные технические с погрешностью взвешивания не более ± 0,01 г	ГОСТ 24101—88Е
Пипетки мерные лабораторные 2 класса точности вместимостью 1,5 и 10 см^3	ГОСТ 29169—91
Колбы мерные вместимостью 50 и 100 см^3	ГОСТ 1770—74Е
Пробирки химические вместимостью 10 см^3	ГОСТ 10515—75
Фарфоровые чашки вместимостью 100 см^3	ГОСТ 9147—73
Пинцет	

5.2. Реактивы, растворы

Калия цианид	ТУ 8465—79
Хлорамин Т	ТУ 6—09—11—1218—79
Кислота хлористоводородная	ГОСТ 3118—77
Кислота барбитуровая	ТУ 6—09—512—75
Пиридин, перегнанный при 115—116 °С	ГОСТ 14193—78
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Вата гигроскопическая	

6. Требования безопасности

При выполнении измерений концентраций цианида калия в смывах с кожных покровов соблюдают следующие требования.

6.1. Правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.005—88.

6.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019—79 и инструкции по эксплуатации прибора.

6.3. Все виды работ с реактивами проводят только в вытяжном шкафу при работающей вентиляции.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим или средним специальным образованием, прошедших соответствующую подготовку 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 ± 5 °С), атмосферном давлении 84—106 кПа и влажности воздуха не более 80 %.

8.2. Выполнение измерений на спектрофотометре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, проведение смывов с кожных покровов, построение градуировочного графика, подготовка прибора.

9.1. Приготовление растворов

Для приготовления *основного стандартного раствора* навеску 0,024 г цианида калия растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см³. 1 см³ данного раствора содержит 100 мкг HCN.

Стандартный раствор № 1 с содержанием 10 мкг/см³ HCN готовят соответствующим разбавлением основного стандартного раствора.

Стандартный раствор № 2 с содержанием 1 мкг/см³ HCN готовят соответствующим разбавлением стандарного раствора № 1.

Хлорамин Т. На технических весах взвешивают 1 г хлорамина Т и растворяют в дистиллированной воде в колбочке на 100 см³.

Пиридинбарбитуровый реактив. В мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 1 г барбитуровой кислоты, добавляют небольшое количество дистиллированной воды, 15 см³ пиридина, 3 см³ хлористоводородной кислоты, перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.2. Подготовка прибора

Подготовку спектрофотометра к работе проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности раствора от массы, устанавливают по трем сериям растворов для градуировки согласно таблице 1.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении цианида калия

№ № стандарта	Стандартный раствор № 2 с содержанием 1 мкг/см³ HCN, см³	Дистиллированная вода, см³	Содержание HCN, мкг
1	0	3,0	0,0
2	0,1	2,9	0,1
3	0,2	2,8	0,2
4	0,4	2,6	0,4
5	0,8	2,2	0,8
6	1,0	2,0	1,0
7	3,0	0,0	3,0

Градуировочные растворы устойчивы в течение 2 ч.

В каждую пробирку шкалы приливают по 0,2 см³ пиридинбарбитурового реактива. Через 15 мин растворы фотометрируют на спектрофотометре при длине волны 586 нм по отношению к контрольному раствору. При работе на фотоэлектроколориметре КФК-3 длина волны остается той же.

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс – соответствующие им величины содержания синильной кислоты в градуировочном растворе (мкг).

Проверка градуировочного графика проводится не реже 1 раза в квартал или в случае использования новой партии реактивов.

9.4. Условия проведения смыва

Для проведения измерений участок загрязненной кожи 25 см² обрабатывают способом обмыва. Для этого в фарфоровую чашку

наливают 10 см³ дистиллированной воды и ватным тампоном весом 0,3 г обмывают участок кожного покрова сверху вниз. В качестве держателя тампона используют пинцет. Отобранная проба сохраняется в течение 6 ч. Вату тщательно отжимают (МР № 3056—84).

10. Проведение измерения

На анализ в пробирку берут 3 см³ смыва и обрабатывают аналогично шкале стандартов. Раствором сравнения при фотометрировании служит смыв с кожи лиц, не контактирующих с цианидом калия.

11. Вычисление результатов измерений

Концентрацию цианида калия (в пересчете на HCN) смыва с кожных покровов (C, мг/см²) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \times b}{v \times S \times 1000}, \text{ где}$$

a – концентрация синильной кислоты в анализируемом объеме пробы, найденная по градуировочному графику, мкг;

b – общий объем смывающей жидкости, см³;

v – объем жидкости, взятый для анализа, см³;

S – площадь смыва, см²;

1000 – коэффициент перевода мкг в мг.

12. Оформление результатов

Результат количественного анализа представляют в виде:

$C \pm \Delta$, мг/см², $P = 0,95$, где

Δ – характеристика погрешности, значение $\Delta = 0,003 + 0,01C$.

13. Контроль погрешности методики

Таблица 2

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

Диапазон определяемых концентраций цианида калия (в пересчете на HCN) мг/см²	Наименование метрологической характеристики		
	Характеристика погрешности, мг/см² (p = 0,95)	Норматив оперативного контроля погрешности, К, мг/см² (p = 0,90, m = 3)	Норматив оперативного контроля воспроизводимости, Д, мг/см² (p = 0,95, m = 2)
От 0,000013 до 0,0018	0,003+0,01С	0,002+0,012С	0,006+0,039С

Метрологические характеристики приведены в виде зависимости от значения массовой концентрации анализируемого компонента в пробе – С (среднеарифметическая результатов параллельных определений).

13.1. Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля являются реальные смывы с кожных покровов. Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Отобранный объем пробы 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:

$$(C_1 - C_2) \leq Д$$

C_1 – результат анализа рабочей пробы;

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

$Д$ – допускаемые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы. Д = 0,006 + 0,039С, мг/см²

Выбор значения С рассчитывается по формуле:

$$\overline{C} = \frac{(C_1 + C_2)}{2}$$

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

13.2. Оперативный контроль погрешности

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

Образцами для контроля являются реальные смывы с кожных покровов. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Отобранный объем пробы 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 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, а во вторую часть делают добавку анализируемого компонента (X) 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. получает один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.).

Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия:

$$(C_3 - C_2 - X) + (2C_2 - C_1) \le K, \text{ где}$$

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.

$K = 0{,}002 + 0{,}012C$, мг/см^2

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 1 ч 45 мин.

gost.e-ecolog.ru