Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.2441—4.1.2449—09

Выпуск 50

Издание официальное

Москва
2009

gost.e-ecolog.ru

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 4.1.2441—4.1.2449—09

Выпуск 50

ББК 51.21
И37

И37 Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний. Вып. 50. —М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—105 с.

ISBN 978—5—7508—0861—8

1. Подготовлены коллективом авторов ГУ Научно-исследовательского института медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьёва, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Г. Ф. Громова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 25 декабря 2008 г.).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 27 января 2009 г.

4. Введены в действие с19 апреля 2009 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

© **Роспотребнадзор, 2009**
© **Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009**

Содержание

1. Измерение массовых концентраций [1,1'-бифенил]-4-ил-2-метилпроп-2-еноата (дифенилметакрилата) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2441—09 6

2. Измерение массовых концентраций N,N-диметилпропан-1,3-диамина в воздухе рабочей зоны фотометрическим методом: МУК 4.1.2442—09 18

3. Измерение массовых концентраций 4-{N-[2-(имидазол-4-ил)этил]карбамоил} масляной кислоты (ВИТАГЛУТАМ, гистаминглутаровая кислота) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2443—09 30

4. Измерение массовых концентраций циклического (L-лейцил-D-фенилаланил-L-пролил-L-валил-L-орнитил-L-лейцил-D-фен)дихлоргидрата (ГРАМИЦИДИНА С ДИГИДРОХЛОРИД, грамицидин С) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2444—09 41

5. Измерение массовых концентраций (6R-транс)-3-[[(5-метил-1,3,4-тиадиазол-2-ил)тио]метил]-8-оксо-7-[(1Н-тетразол-1-илацетил)амино]-5-тиа-1азабицикло[4.2.0]окт-2-ен-карбоновой кислоты мононатриевой соли (ЦЕФАЗОЛИНА НАТРИЕВАЯ СОЛЬ, цефазолин, цефезол, кефзол) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2445—09 52

6. Измерение массовых концентраций 2,3,5,6-тетрафлуоро-4-метоксиметилбензил (EZ)-(1RS, 3RS; 1RS, 3RS) -2,2-диметил-3-(проп-1-енил циклопропанкарбоксилата (метофлутрина) в воздухе рабочей зоны спектрофо-тометрическим методом: МУК 4.1.2446—09 64

7. Измерение массовых концентрации 2,3,5,6-тетрафлуоробензил(1R, 3RS)-3-(2,2-дихлорвинил)-2,2-диметилциклопропанкарбоксилата (трансфлутрин, байотрин, бенфлутрин) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2447—09 74

8. Измерение массовых концентраций 4-хлорфенил-2-метилпроп-2-еноата (пара-хлорфенилметакрилата) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2448—09 84

9. Измерение массовых концентраций 5-нитро-8-хинолинол (нитроксолин) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2449—09 94

Приложение 1 Приведение объёма воздуха к стандартным условиям 103

Приложение 2 Коэффициенты для приведения объёма воздуха к стандартным условиям 104

Приложение 3 Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ 105

Введение

Сборник методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 50) 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 12.1.005—88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений», ГОСТ Р ИСО 5725-(части 1—6) «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
27 января 2009 г.
Дата введения: с 19 апреля 2009 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций 2,3,5,6-тетрафлуоро-4-метоксиметилбензил(EZ)-(1RS, 3RS; 1RS, 3RS)-2,2-диметил-3-(проп-1-енил) циклопропанкарбоксилата (метофлутрина) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом

Методические указания
МУК 4.1.2446—09

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем метофлутрина спектро-фотометрическим методом в диапазоне массовых концентраций от 0,5 до 10 мг/м³

2 Характеристика вещества

2.1 Структурная формула (см. рис. 1).
2.2 Эмпирическая формула $C_{18}H_{20}F_4O_3$.
2.3 Молекулярная масса 360,19.
2.4 Регистрационный номер CAS 240494-70-6.

2.5 Физико-химические свойства

Метофлутрин - бесцветная прозрачная жидкость, практически без запаха, температура кипения 100 °С (при 0,2 мм рт ст), упругость пара $1,87 \times 10^{-3}$ мм рт. ст. (при 25 °С), удельный вес 1,21 г/см³,

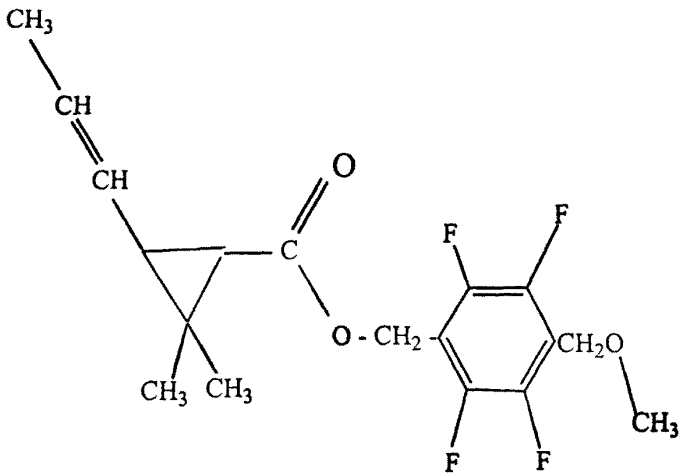

Рис. 1

растворимость в воде 0,73 мг/дм³, хорошо растворим в ацетонитриле, метаноле, этаноле, ацетоне.

Агрегатное состояние в воздухе – пары + аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика

Метафлутрин обладает общетоксическим действием.

Ориентировочноый безопасный уровень воздействия (ОБУВ) метофлутрина в воздухе рабочей зоны 1,0 мг/м³.

3. Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значения погрешности и ее составляющих результатов измерений, не превышают значений, приведенных в табл. 1, для соответствующих диапазонов измерений.

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации метофлутрина выполняют методом спектрофотометрии.

Таблица 1

Значения погрешности и ее составляющие результатов измерений

Диапазон измерений массовой концентрации метофлутрина, мг/м^3	Границы относительной погрешности ± δ, %, при P = 0,95	Предел повторяемости, r, отн. %, P = 0,95, n = 2	Предел воспроизводимости, R, отн. %
От 0,5 до 1,0 вкл.	20	17	24,93
Св. 1,0 до 4,0 вкл.	14	11	16,62
Св. 4,0 до 10,0 вкл.	8	5,5	8,31

Метод основан на способности растворов метофлутрина в этаноле поглощать свет в ультрафиолетовой области спектра.

Измерение проводят при длине волны 223 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр АФА-ХА-10 и в поглотительный прибор Рыхтера, заполненный этанолом.

Нижний предел измерений содержания метофлутрина в анализируемом объеме пробы – 5 мкг

Нижний предел измерений концентрации метофлутрина в воздухе 0,5 мг/м^3 (при отборе 10 дм^3 воздуха).

Метод специфичен в условиях приготовления инсектицидных препаратов на основе. метофлутрина. Измерению не мешают изопарафиновые углеводороды, этанол.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

5.1.1. Спектрофотометр марки СФ-26, предел допускаемого зна-чения абсолютной погрешности 1%, рабочий диапазон длин волн 190-1100 нм.

5.1.2. Аспирационное устройство ПУ 4Э ЗАО «ХИМКО» № 14531—03 в Государственном реестре средств измерений

5.1.3. Весы лабораторные ВЛР-200, ГОСТ 24104—2001.

5.1.4. Колбы мерные 2-25-2, ГОСТ 1770—74.
5.1.5. Пипетки 1-1-2-1; -5; ГОСТ 29227—91.
5.1.6. Стаканчик СВ 19/9 (бюкс), ГОСТ 25336-82.
5.1.7. Пробирки с притертыми пробками П4-10-14/23ХС, ГОСТ 25336-82.
5.1.8. Поглотительные приборы Рыхтера, ГОСТ 6755—73.
5.1.9. Кюветы кварцевые с толщиной оптического слоя 10 мм.
5.1.10. Фильтродержатель, ТУ 95-72-05—77.
5.1.11. Фильтры АФА-ХА-10, ТУ 95-1892—89.
5.1.12. Пинцет медицинский, ГОСТ 21241—77

5.2. Реактивы

5.2.1. Метофлутрин с содержанием основного вещества 96,4%,стандартный образец предприятия № 203001, «Sumitomo Chemical Co Ltd», Япония
5.2.2 Этиловый спирт, ректификат, (этанол), 96 %, ГОСТ 8314—77.

Примечание. Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже приведенных в разделе.

6. Требования безопасности

6.1 При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легко воспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007—76.
6.2 При проведении анализов горючих и вредных веществ соблюдают требования противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004-91 и должны быть в наличии средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90.
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 полученных результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы контроля при выполнении процедур контроля погрешности анализа.

8. Условия измерений

8.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят при следующих условиях:

температура воздуха (20 ± 5) °С,
атмосферное давлении 84—106 кПа,
относительная влажность воздухане 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, подготовку спектрофотометра, установление градуировочной характери-стики, отбор проб.

9.1 Приготовление растворов

9.1.1 Приготовление основного стандартного раствора метофлутрина

Во взвешенную мерную колбу вместимостью 25 см³ с 5 см³ этанола добавляют 1—2 капли метофлутрина и снова взвешивают. Объем в колбе доводят до метки этанолом. По разности двух взвешиваний вычисляют навеску вещества и рассчитывают концентрацию вещества X, мг/см³ по формуле 1:

$$X = \frac{m \times 10^3 \times K}{V}, \quad \text{где} \qquad (1)$$

m — навеска метофлутрина, г;
10^3 — коэффициент пересчета на мг;
K — массовая доля основного вещества в представленном образце метофлутрина, (0,964);
V — объем используемой мерной колбы, см³.

Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.1.2 Приготовление рабочего раствора метофлутрина № 1 с массовой концентрацией 100 мкг/см³ готовят соответствующим разведением основного стандартного раствора этанолом в мерной колбе вместимостью 25 см³. Раствор устойчив в течение недели. Хранят раствор в холодильнике.

9.1.3. Приготовление рабочего раствора метофлутрина № 2 с массовой концентрацией 10 мкг/см³ готовят соответствующим

разбавлением 2,5 см³ рабочего раствора метофлутрина №1 этанолом в мерной колбе вместимостью 25 см³. Раствор устойчив в течение недели. Хранят раствор в холодильнике.

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 растворов от массы метофлутрина, устанавливают по 6 сериям растворов из 5 параллельных определений для каждой серии согласно табл. 2

При приготовлении градуировочных растворов используют для добавления этанола пипетку вместимостью 5,0 см³, а для добавления рабочих растворов метофлутрина № 1 и № 2 пипетку вместимостью 1,0 см³.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении метофлутрина

№ градуиро-вочного рас-твора	Объём рабо-чего раствора метофлутрина с массовой концентрацией 10 мкг/см³,См³	Объём рабочего раствора метофлутрина с массовой концентрацией 100 мкг/см³,см³	Объемэта-нола, см³	Содержание метофлутрина в градуировочном растворе, мкг
1	0	0	5,0	0
2	0,5		4,5	5
3	1,0		4,0	10
4		0,2	4,8	20
5		0,3	4,7	30
6		0,5	4,5	50

Подготовленные градуировочные растворы перемешивают и измеряют оптическую плотность градуировочных растворов в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм при длине волны 223 нм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (раствор № 1 по табл. 2).

Строят градуировочную характеристику: на ось ординат наносят значения оптической плотности градуировочных раство-ров, на ось абсцисс -соответствующие им значения содержания вещества в градуировочном растворе (мкг).

9.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировки проводят не реже 1 раза в три месяца, а также при смене реактивов и изменении условий анализа.

Для контроля используют вновь приготовленные градуировочные растворы с массовой концентрацией исследуемого вещества в начале, середине и в конце диапазона измерений и анализируют в точном соответствии с прописью методики.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для каждого контрольного образца выполняется условие (2)

$$\frac{|D_{изм} - D_{гр}|}{D_{гр}} \le K_{гр}, \quad \text{где} \qquad (2)$$

$D_{изм}, D_{гр}$ – значение оптической плотности образца для контроля измеренное и найденное по градуировочной характеристике соответственно;

$K_{гр}$ – норматив контроля.

$$K_{гр} = 0{,}5 \cdot \delta, \quad \text{где}$$

$\pm\delta$ – границы относительной погрешности, %, (табл. 1).

Если условие стабильности не выполняется только для одного образца, то выполняют повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую ошибку.

Если градуировка не стабильна, выясняют причины нестабильности и повторяют контроль стабильности с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировки прибор градуируют заново.

9.5 Отбор проб воздуха

Отбор проб проводят с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и Руководства Р 2.2.2006—05 (прилож. 9, обязательное) «Общие методические требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны», пункт 2 «Контроль соответствия максимальным ПДК».

Воздух с объемным расходом 2 дм³/мин аспирируют через последовательно соединенные фильтр АФА-ХА-10, помещенный в фильтродержатель и два поглоти-

тельных прибора Рыхтера, заполненных по 5 см³ этанола. Во время отбора пробы поглотительные приборы охлаждают смесью измельченного льда с хлоридом натрия.

Для измерения 1/2 ОБУВ метофлутрина необходимо отобрать 10 дм³ воздуха. Отобранные пробы могут храниться в течение 3 дней в холодильнике.

10 Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой помещают в бюкс и заливают содержимым первого поглотительного прибора, оставляют на 10—15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр отжимают, раствор сливают в пробирку, объем раствора доводят до 5,0 см³ этанолом, после чего фильтр заливают содержимым второго поглотительного прибора, оставляют на 10—15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества.

Далее фильтр отжимают и раствор сливают в следующую пробирку, объем раствора доводят до 5,0 см³ этанолом. Фильтр заливают 5,0 см³ этанола, оставляют на 10—15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Далее фильтр отжимают и удаляют, полученный раствор сливают в следующую пробирку, объем раствора доводят до 5,0 см³ этанолом. Полученные растворы анализируют отдельно. Степень десорбции с фильтра 98 %. Оптическую плотность анализируемых растворов измеряют аналогично градуировочным растворам по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробе, используя чистый фильтр.

Количественное определение метофлутрина (в мкг) в анализируемом объеме раствора пробы проводят по предварительно построенной градуировочной характеристике.

11. Вычисление результатов измерений

11.1. Массовую концентрацию метофлутрина в воздухе С, мг/м³, вычисляют по формуле (2)

$$C = \frac{(a + a_1 + a_2)}{V_{20}}, \quad \text{где} \tag{3}$$

a – содержание метофлутрина в анализируемом объеме раствора пробы (в первом смыве с фильтра), найденное по градуировочной характеристике, мкг;

a_1 – содержание метофлутрина в анализируемом объеме раствора пробы (во втором смыве с фильтра), найденное по градуировочной характеристике, мкг;

a_2 – содержание метофлутрина в анализируемом объеме раствора пробы (в третьем смыве с фильтра), найденное по градуировочной характеристике, мкг;

V_{20} – объём воздуха, отобранный для анализа (дм³) и приведенный к стандартным условиям (см. прилож. 1)

12. Оформление результатов измерений

12.1. За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (4)

$$\frac{2 \cdot |C_1 - C_2| \cdot 100}{(C_1 + C_2)} \le r, \quad \text{где} \tag{4}$$

C_1, C_2 – результаты параллельных определений массовой концентрации метофлутрина в воздухе, мг/м³;

r – значение предела повторяемости (табл. 1).

12.2. Если условие (4) не выполняется, получают еще по два ре-зультата в полном соответствии с данной МВИ. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие (5)

$$\frac{4 \cdot |C_{max} - C_{min}| \cdot 100}{(C_1 + C_2 + C_3 + C_4)} \le CR_{0,95}, \quad \text{где} \tag{5}$$

C_{max}, C_{min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой концентрации метофлутрина в воздухе, мг/м³;

$CR_{0,95}$ – значение критического диапазона для уровня вероятности P = 0,95 и n – результатов определений.

$$CR_{0,95} = f(n) \cdot \sigma$$

Для n=4

$$CR_{0,95} = 3{,}6 \cdot \sigma_r \qquad (6)$$

Если условие (5) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

12.3. Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{C} \pm 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C}, \quad \text{при P=0,95, где}$$

$\overline{C}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по 11.2, 11.3, мг/м³;

$\pm\delta$ – границы относительной погрешности, %, (табл. 1).

В случае, если полученный результат измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, производят следующую запись в журнале; «массовая концентрация метофлутрина в воздухе рабочей зоны менее 0,5 мг/м³ (более 10 мг/м³)».

13. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по 6.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 2 ч.

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны
Сборник методических указаний
МУК 4.1.2441—4.1.2449—09
Выпуск 50

Технический редактор А. А. Григорьев

Подписано в печать 19.11.09

Формат 60×88/16 Печ. л. 6,75
Тираж 500 экз. Заказ 718

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
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а

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

gost.e-ecolog.ru