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 4-хлорфенил-2-метилпроп-2-еноата (пара-хлорфенилметакрилата) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом

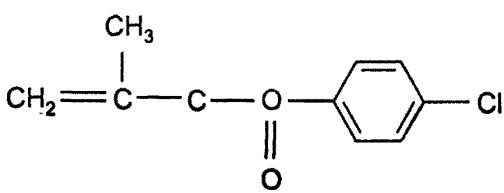
Методические указания
МУК 4.1.2448—09

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем пара-хлорфенилметакрилата методом спектрофотометрии в диапазоне массовых концентраций от 0,5 до 6 мг/м³.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула $C_{10}H_9ClO_2$
2.3. Молекулярная масса 196,5.
2.4. Регистрационный номер CAS 16522-37-5.

2.5. Физико-химические свойства

Пара-хлорфенилметакрилат – бесцветная прозрачная жидкость, с характерным для метакрилатов запахом, температура кипения 240—242 °С при 760 мм рт. ст., удельный вес 1,1823 г/см³, температура самовоспламенения 540 °С, летучесть 400 мг/м³ при 35 °С, растворим в этаноле, других органических растворителях, мало растворим в воде.

Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.6. Токсикологическая характеристика

Пара-хлорфенилметакрилат обладает общетоксическим действием.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) пара-хлорфенилметакрилата 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 её составляющих результатов измерений, не превышают значений, приведенных в табл. 1, для соответствующих диапазонов измерений.

Таблица 1

Значения погрешности и её составляющие результатов измерений

Диапазон измерений массовой концентрации трансфлутри-на,мг/м³	Показатель точности (границы относительной погрешности)±δ, %, При P = 0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадрати-ческое отклонение повторяемости),σ, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости),$\sigma_к$, %	Предел повторяемости, r, %, отн.P = 0,95, n = 2	Пределвоспроизводимости, r, %, отн.
От 0,5 до 3,0 вкл	25	7	12	19	33,2
Св. 3,0 до 6,0 вкл.	12	3	6	8	16,6

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации пара-хлорфенилметакрилата выполняют методом спектрофотометрии.

Метод основан на способности растворов пара-хлорфенилметакрилата в этаноле поглощать свет в ультрафиолетовой области спектра.

Измерение проводят при длине волны 260 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием в поглотительный прибор с пористой пластинкой, заполненный 5,0 см^3 этанола.

Нижний предел измерений содержания пара-хлорфенилметакрилата в анализируемом объеме пробы – 5 мкг.

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

Метод специфичен на стадиях выгрузки и фасовки пара-хлорфенилметакрилата. По технологическим условиям исключено присутствие других примесей.

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—1 100) нм	ГОСТ 1550—79
5.1.2. Весы лабораторные ВЛР-200	ГОСТ 24104—2001, Госреестр № 19874-02
5.1.3. Аспирационное устройство ПУ 4Э ЗАО «ХИМКО» №14531-03 в Государственном реестре средств измерений	
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. Пробирки с притертыми пробками, П-4-10-14/23ХС	ГОСТ 25336—82

5.1.7. Поглотительные приборы с пористой пластинкой ГОСТ 6755—73

5.1.8. Кюветы кварцевые с толщиной оптического слоя 10 мм.

5.1.9. Гири, набор 1—10)г ГОСТ 7328—2001

5.2. Реактивы

5.2.1. Пара-хлорфенилметакрилат с содержанием основного вещества не менее 99,7-99,8 %. СОП № 104-3

5.2.2. Этиловый спирт, (этанол) ректификат, с массовой долей 96 % ГОСТ 8314—77

Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками и квалификацией 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.

6.4. Помещение лаборатории 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 согласно ГОСТ 12.004—90

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нор-

мативы 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 воздуха	не 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: подготовка посуды, приготовление растворов, подготовку спектрофотометра, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Подготовка посуды

9.1.1. Стеклянную посуду ополаскивают ацетоном для удаления органических примесей, несколько раз промываю водопроводной водой, заливают хромовой смесью и выдерживают 1 ч. После этого посуду извлекают из хромовой смеси, ополаскивают несколько раз водопроводной водой, затем дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу. Чистую посуду хранят в закрытом виде.

9.2. Приготовление растворов

9.2.1. Приготовление основного стандартного раствора пара-хлорфенилметакрилата

Во взвешенную мерную колбу вместимостью 25 см³ с 5,0 см³ этанола добавляют 1—2 капли пара-хлорфенилметакрилата и снова взвешивают. Объем в колбе доводят до метки этанолом. По разности двух взвешиваний вычисляют навеску вещества и рассчитывают содержание вещества в 1,0 см³.

Раствор устойчив в течение недели. Хранят раствор в холодильнике.

9.2.2. Рабочий стандартный раствор пара-хлорфенилметакрилата № 1 с массовой концентрацией 100 мкг/см³ готовят соответствующим разбавлением основного стандартного раствора этанолом в мерной колбе вместимостью 25 см³.

Раствор устойчив в течение недели. Хранят раствор в холодильнике.

9.2.3. Рабочий стандартный раствор пара-хлорфенилметакрилата №2 с массовой концентрацией 10 мкг/см3готовят разбавлением 2,5 см3 рабочего

Стандартного раствора пара-хлорфенилметакрилата № 1 этанолом в мерной колбе вместимостью 25 см³.

Раствор устойчив в течение недели. Хранят раствор в холодильнике.

9.3. Подготовка прибора

Подготовку спектрофотометра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности растворов от массы пара-хлорфенилметак-

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении пара-хлорфенилметакрилата

№ градуировочного раствора	Объём рабочего стандартного раствора парахлорфенилметакрилала №2 с массовой концентрацей10 мкг/ см3, см3	Объём рабочего стандартного раствора парахлорфенилметакрилала №1 с массовой концентрацей 100 мкг/ см³, см³	Объем этанола, см³	Содержание пара-хлорфенилметакрилата 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
7		0,6	4,4	60

рилата, устанавливают по 6 сериям растворов из 5 параллельных определений для каждой серии со-гласно табл, 2

Градуировочные растворы пара-хлорфенилметакрилата готовят методом объемного разбавления рабочих стандартных растворов в пробирках с притертыми пробками. Для этого в каждую пробирку вносят рабочие стандартные растворы пипеткой вместимостью 1 см³ в соответствии с табл. 2, добавляют этанол до 5 см³ и тщательно перемешивают.

Градуировочные растворы устойчивы в течение суток.

Подготовленные градуировочные растворы перемешивают и измеряют оптическую плотность градуировочных растворов в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм при длине волны 260 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 растворов, на ось абсцисс – соответствующие им значения содержания вещества в градуировочном растворе (мкг).

9.5. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики 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 (1)

$$\frac{|D_{изм} - D_{гр}|}{D_{гр}} \le K_{гр}, \quad \text{где} \qquad (1)$$

$D_{изм}$, $D_{гр}$ – 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, предусмот-ренных методикой. При повторном обнаружении нестабиль-ности градуировки прибор градуируют заново.

9.6. Отбор пробы 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 1 дм³/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных прибора с пористой пластинкой, содержащих по 5,0 см³ этанола в каждом. Во время отбора пробы поглотители охлаждают смесью льда с солью.

Для измерений содержания на уровне 1/2 ОБУВ пара-хлорфенилметакрилата необходимо отобрать 10 дм³ воздуха. Отобранные пробы могут храниться в пробирках с притертыми пробками в холодильнике в течение суток.

10. Выполнение измерений

После отбора проб содержимое поглотительных приборов переносят в пробирки и доводят объем до 5,0 см³ этанолом. Каждый поглотительный раствор анализируют отдельно, после чего полученные результаты суммируют.

Оптическую плотность анализируемых растворов проб измеряют аналогично градуировочным растворам.

Количественное определение содержания пара- хлорфенилметакрилата (в мкг) в анализируемом объеме раствора пробы проводят по предварительно построенной градуировочной характеристике.

11. Вычисление результатов измерений

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

$$C = \frac{a + a_1}{V_{20}}, \text{ где} \qquad (2)$$

a – содержание в анализируемом объеме раствора пробы (в первом поглотителе), найденное по градуировочной характеристике, мкг;

a_1 – содержание в анализируемом объеме раствора пробы (во втором поглотителе), найденное по градуировочной характеристике, мкг;

V_{20} – объем воздуха, отобранный для анализа (дм^3) и приведенный к стандартным условиям (прилож. 1)

11.2. За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (3)

$$\frac{2\cdot|C_1 - C_2|\cdot 100}{(C_1 + C_2)} \le r, \text{ где} \qquad (3)$$

C_1, C_2 – результаты параллельных определений массовой концентрации пара-хлорфенилметакрилата, мг/м^3;

r – значение предела повторяемости (табл. 1).

11.3. Если условие (3) не выполняется, получают еще по два результата в полном соответствии с данной МВИ. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие (4)

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

C_{max}, C_{min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой концентрации пара-хлорфенилметакрилата, мг/м^3;

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

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

Для n = 4

$$CR_{0,95} = 3,6\cdot\sigma_r \qquad (5)$$

Если условие (4) не выполняется, выясняют причины пре-вышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

12. Оформление результатов анализа

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

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

$\bar{C}$ – 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 пара-хлорфенилметакрилата в воздухе рабочей зоны менее 0,5 мг/м³ (более 6 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 1 ч 30 мин.

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 748

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