**Государственное санитарно – эпидемиологическое нормирование**

**Российской Федерации**

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ.

# Измерение концентрации угольной пыли в атмосферном воздухе и в воздухе рабочей зоны гравиметрическим методом

## МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

МУК 4.1. 3462- 17

Издание официальное

Москва – 2017

gost.e-ecolog.ru

**Измерение концентраций угольной пыли в атмосферном воздухе и в воздухе рабочей зоны гравиметрическим методом**

**Методические указания**

1. Разработаны ФБУН «Екатеринбургский медицинский научный центр профилактики и охраны здоровья рабочих промпредприятий» Роспотребнадзора (Слышкина Т.В., Симонова О.В.).

2. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека - Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации А.Ю.Поповой «17 » марта 2017 г.

3. Введены впервые.

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

_____ А.Ю.Попова

«17» марта 2017г.

**Измерение концентраций угольной пыли в атмосферном воздухе и в воздухе рабочей зоны гравиметрическим методом**

**Методические указания**

**МУК 4.1. 3462-17**

---

**Свидетельство о метрологической аттестации МВИ №88-16207-005-RA.RU.310657-2017**

Настоящие методические указания устанавливают порядок применения гравиметрического метода для определения массовой концентрации угольной пыли в атмосферном воздухе и в воздухе рабочей зоны в диапазонах 0,04 ÷ 16,0 мг/м$^3$ (в зависимости от отобранного объема воздуха) в присутствии других органических и неорганических видов пыли.

Методические указания носят рекомендательный характер.

**Угольная пыль** **С**

Мол. масса 12,0096

*Краткая токсикологическая характеристика*

Угольная пыль по воздействию на организм человека относится к аэрозолям преимущественно фиброгенного действия.

*Нормирование угольной пыли*

в воздухе рабочей зоны:

а) антрацит с содержанием свободного диоксида кремния до 5% максимально — предельно допустимая концентрация среднесменная (ПДКс.с.) - 6 мг/м$^3$;

б) другие ископаемые угли и углепородные пыли с содержанием свободного диоксида кремния до 5%

— предельно допустимая концентрация среднесменная (ПДКс.с.) - 10 мг/м$^3$;

в атмосферном воздухе:

пыль угля - предельно допустимая концентрация максимально разовая (ПДКм.р.) - 0,3 мг/м$^3$; предельно допустимая концентрация среднесуточная (ПДКс.с.) - 0,10 мг/м$^3$.

## 1. Погрешность измерений

При соблюдении всех регламентированных условий проведения анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и её составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности Р=0,95 не превышает значений, приведенных в таблице 1 для соответствующего диапазона концентраций.

Таблица 1

Диапазоны измерения массовых концентраций угольной пыли, значения показателей точности, правильности и прецизионности измерений

| Наименование элемента, соединения | Диапазон измерений массовой концентрации в воздухе, мг/м$^3$ | Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_r$, % | Показатель правильности (границы относительной систематической погрешности при вероятности Р=0,95), $\pm\delta_c$, % | Показатель точности[1] (границы относительной погрешности при вероятности Р=0,95), $\pm\delta$, % |
|---|---|---|---|---|
| Угольная пыль | От 0,04 до 16,0 включ. | 10 | 15 | 25 |

## 2. Метод измерений

Метод основан на определении уловленной из измеренного объема исследуемого воздуха массы пыли, гравиметрическим (весовым) методом после последовательной обработки пробы смешанной (неорганической и органической) пыли тетрахлорметаном и этанолом, разделяющем все виды пыли, присутствующие в одной пробе, по плотности материала.

Таким образом, угольную пыль отделяют от других видов пыли и затем проводят гравиметрическое определение с последующими расчётами массовой концентрации угольной пыли в пробе.

Определению не мешают содержащиеся в воздухе неорганические виды пыли (глинозём, кремнийсодержащая, металлическая, абразивная, пыль шлака, асбеста и др.), органические виды пыли (древесная, табачная, зерновая, хлопковая, графитовая, сажа).

---

1

## 3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

### 3.1.Средства измерений

| | |
|---|---|
| Весы лабораторные 1-го класса точности, наименьший предел взвешивания 0,001 г.;<br>наибольший предел взвешивания 120 г.<br>пределы допускаемой погрешности:<br>от 0,001 до 50 г: ± 0,1 мг;<br>св. 50 до 120 г: ± 0,2 мг. | |
| Прибор для отбора проб воздуха с автоматическим поддержанием расхода воздуха 20 (100) дм$^3$/мин. Предел допускаемой основной относительной погрешности расхода (объема) отбираемого воздуха ± 5 %. | ТУ 4215-006-39906142 |
| Секундомер<br>Класс точности – второй; цена деления 0,1с | ТУ 25-1894.003; |
| Барометр мембранный метеорологический .<br>Диапазон измерения от 80 до 106 кПа (от 600 до 800 мм рт.ст.), с ценой деления 0,1 кПа, предел допускаемой основной погрешности (при введении поправок) не более ±0,2 кПа | ТУ 25-11-1513. |
| Термоанемометр цифровой переносной.<br>Диапазон измерений:<br>- скорости воздушного потока 0,1÷10 м/с;<br>- температуры 0÷50 °С.<br>Погрешность измерения Δ<br>1) скорости воздушного потока:<br>- в диапазоне 0,1÷2,0 м/с ± (0,1+0,05V) м/с<br>-в диапазоне 0,01÷10,00 м/с ± (0,3+0,05V) м/с;<br>2) температуры ±0,5°С. | |
| Пипетки градуированные 2-го класса точности:<br>2-1-2-10 (допускаемая погрешность Δ = ± 0,10 см$^3$) | ГОСТ 29227 |

**Примечание: Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.**

### 3.2. Вспомогательные устройства и материалы.

| | |
|---|---|
| Термостойкие химические стаканы, вместимость 25 $см^3$ | ГОСТ 25336 |
| Воронки стеклянные для фильтрования | ГОСТ 25336 |
| Фильтры АФА-ВП-20 (весовой метод анализа) | ТУ 95 1892 |
| Фильтры высокой скорости фильтрации | ТУ 2642-001-68085491-2011 |
| Фильтры высокой плотности, низкой скорости фильтрации | ТУ 2642-001-68085491-2011 |

**Примечание: Допускается использование вспомогательных устройств и материалов с аналогичными или лучшими техническими характеристиками.**

### 3.3.Реактивы

| | |
|---|---|
| Тетрахлорметан, особой чистоты | ТУ 6-09-3219 |
| Трихлорметан, особой чистоты | ТУ 2631-105-44493179 |
| Этанол, особой чистоты | ТУ 6-09-19-122 |

**Примечание: Допускается использование реактивов с более высокой квалификацией, не требующих дополнительной очистки растворителей.**

## 4. Требования безопасности

4.1.При выполнении измерений соблюдают требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007, требования пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и ГОСТ 12.018, требования безопасности при работе с электроустановками по ГОСТ Р 12.1.019 и требования безопасности, указанные в руководстве по эксплуатации весов лабораторных аналитических.

4.2.Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009. Содержание вредных веществ в воздухе на должно превышать норм, установленных ГН 2.2.5.1313-03 «Предельно-допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны». Организация обучения работников безопасности труда – по ГОСТ 12.0.004.

## 5. Требования к квалификации операторов

Измерения в соответствии с настоящей методикой может выполнять специалист, имеющий опыт работы в области аналитического количественного химического анализа, освоивший данную методику и подтвердивший экспериментально соответствие получаемых результатов нормативам контроля погрешности измерений.

## 6. Условия измерений

При выполнении измерений в лаборатории соблюдают следующие условия:

• процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха $(20\pm5)^0$С и относительной влажности не более 80%.

• выполнение гравиметрических измерений на лабораторных аналитических весах проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к ним:

| | |
|---|---|
| температура воздуха | (20±2)°С |
| относительная влажность воздуха | от 30 до 50 % |
| атмосферное давление | от 84 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт.ст.) |

## 7.Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений должны быть проведены следующие работы: подготовка посуды, подготовка лабораторных аналитических весов к работе.

7.1.Подготовка посуды.

Всю используемую химическую посуду промывают разбавленной 1:1 азотной кислотой, затем большим количеством дистиллированной воды, ополаскивают 2-3 раза дистиллированной водой.

7.2 Подготовка прибора

*Подготовку аналитических весов* осуществляют в соответствии с руководством по эксплуатации прибора с автоматической автокалибровкой.

## 8.Отбор и хранение проб

8.1 Отбор проб атмосферного воздуха осуществляют в соответствии с ГОСТ 17.2.3.01 и руководством РД 52-04-186.

*8.1.1* Воздух со скоростью 20,0 -100 $дм^3$/мин. протягивают через фильтры АФА-ВП-20.

*8.1.2* Для определения максимально разовой массовой концентрации угольной пыли в атмосферном воздухе достаточно отобрать 600 $дм^3$ воздуха; для определения среднесуточной массовой концентрации 2400 $дм^3$ (4 разовых пробы за 24 часа по 30 минут каждая).

*8.1.3* Одновременно с отбором проб воздуха измеряют температуру в месте отбора проб, атмосферное давление, скорость и направление ветра, относительную влажность.

8.2 Отбор проб воздуха рабочей зоны осуществляют в соответствии с ГОСТ 12.1.005.

*8.2.1* Воздух со скоростью 20,0 -100 $дм^3$/мин. протягивают через фильтры АФА-ВП-20.

*8.2.2* Для определения максимально разовой концентрации угольной пыли в воздухе рабочей зоны достаточно отобрать 300 $дм^3$ воздуха; для определения среднесменной

концентрации 7200 дм$^3$ (75% времени рабочей смены - 360 мин.).

8.3 После отбора фильтр складывают вчетверо экспонированной поверхностью внутрь и хранят в эксикаторе. Пробы могут сохраняться в течение 1 месяца.

8.4 Все необходимые сведения об отобранной пробе фиксируют в журнале установленной формы и оформляют на пробу сопроводительный документ в установленном в организации порядке.

## 9. Выполнение измерений

9.1 Фильтр АФА-ВП-20 с отобранной пробой угольной пыли из атмосферного воздуха помещают в стеклянный стакан объемом 25 см$^3$, пипеткой объемом 10 см$^3$ приливают 10 см$^3$ тетрахлорметана (или трихлорметана), перемешивают мешалкой в течение 2-3 мин, раствор отстаивают, надосадочную жидкость с угольной пылью декантируют в приемную емкость — предварительно взвешенный стакан объемом 25 см$^3$ (повторяют операцию 2-3 раза), растворитель упаривают. Стакан взвешивают вторично, определяя содержание угля в исследуемом образце пыли. Таким способом пыль угля отделяется от металлической пыли, известняка, мела, гранита, абразивной пыли, глинозема, пыли керамики, песчаника, графита.

9.2 В присутствии древесной пыли в воздухе, образец, после упаривания тетрахлорметана (или трихлорметана), обрабатывают в стакане 5-10 см$^3$ этанола при перемешивании, удаляя всплывшую пыль. Этанол упаривают и проводят повторное взвешивание, определяя количественное содержание угля в исследуемом образце.

9.3 В присутствии возгонов каменноугольных смол и пеков, масел минеральных нефтяных, нефти, полициклических ароматических углеводородов в воздухе фильтр АФА-ВП-20 обрабатывают тетрахлометаном (или трихлорметаном), всплывшую часть (содержащую уголь) переносят на предварительно взвешенный фильтр «синяя лента» и несколько раз промывают его тетрахлорметаном. После чего фильтр подсушивают на воздухе и повторно взвешивают, определяя содержание угля в пробе.

## 10. Обработка результатов анализа

10.1 Концентрацию угольной пыли в пробе атмосферного воздуха (мг/м$^3$) вычисляют по формуле:

$$C_n = \frac{m \cdot 1000}{V_0}, \qquad (1)$$

где m – масса угольной пыли, найденная гравиметрически, мг;

$V_0$ – объем атмосферного воздуха (дм$^3$), приведенный к нормальным условиям согласно газовым законам Бойля - Мариотта и Гей - Люссака по формуле:

$$V_0 = \frac{V_t \cdot 273 \cdot P}{(t_н + t) \cdot P_н}, \qquad (2)$$

где $Vt$ – объем воздуха, отобранный для анализа, дм$^3$;

$P$ – измеренное в день отбора барометрическое давление, мм рт.ст. (или Па);

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

Нормальные условия ($t_н$, $P_н$), определенные IUPAC (Международным союзом практической и прикладной химии):

$t_н$ = 273,15 К (0°С)

$P_н$ = 760 мм рт. ст. (101325 Па).

10.2 Концентрацию угольной пыли в пробе воздуха рабочей зоны (мг/м$^3$) вычисляют по формуле:

$$C_в = \frac{m \cdot 1000}{V_{20}}, \qquad (3)$$

где $m$ - масса угля, найденная гравиметрически, мг;

$V_{20}$ - объем атмосферного воздуха (дм$^3$), приведенный к стандартным условиям согласно газовым законам Бойля - Мариотта и Гей - Люссака по формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot 273 \cdot P}{(t_c + t) \cdot P_c}, \qquad (4)$$

где $Vt$ – объем воздуха, отобранный для анализа, дм$^3$;

$P$ – измеренное в день отбора барометрическое давление, мм рт.ст. (или Па);

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

Стандартные условия ($t_c$, $P_c$), определенные IUPAC (Международным союзом практической и прикладной химии):

$t_c$ = 293,15 К (20°С)

$P_c$ = 760 мм рт. ст. (101325 Па).

10.3 Результат единичного измерения является результатом анализа.

## 11.Оформление результатов

11.1 Результат измерений массовой концентрации угольной пыли в пробах атмосферного воздуха и воздуха рабочей зоны представляют в виде:

$$(C_в \pm \Delta) \text{ мг/м}^3, P = 0{,}95, \qquad (5)$$

где $C_в$ – массовая концентрация угольной пыли в пробах атмосферного воздуха и воздуха рабочей зоны, мг/м$^3$;

Δ – характеристика абсолютной погрешности измерений массовой концентрации угольной пыли, (мг/м$^3$), при доверительной вероятности $P = 0,95$.

Значение Δ рассчитывают по формуле:

$$\Delta = 0,01 \cdot \delta \cdot C_в , \qquad (6)$$

где δ – характеристика относительной погрешности измерений массовой концентрации угольной пыли, % (таблица 1) ,

11.2 Показатель точности методики выражают числом, содержащим не более двух значащих цифр, наименьший разряд числового значения результата измерения должен быть таким же, как наименьший разряд числового значения показателя точности.

11.3 Если содержание компонента менее нижней границы диапазона определяемых концентраций, результат анализа представляют в виде: *«содержание угольной пыли в пробе воздуха рабочей зоны, атмосферного воздуха менее 0,04 мг/м$^3$» (предел обнаружения при отобранном объеме воздуха).*

## 12. Контроль качества результатов измерений

12.1 Контроль качества результатов измерений, проводимых в соответствии с настоящей методикой, осуществляется путем поверки применяемых средств измерений.

Средства измерений должны использоваться с погрешностями не выше указанных в настоящей методике и иметь свидетельства об их метрологической поверке или клеймо поверителя.

gost.e-ecolog.ru