УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации,
Первый заместитель министра здравоохранения
Российской Федерации
Г.Г. Онищенко
5 марта 2004 г.

МУК 4.1.1857-04
Дата введения: с 1 июля 2004 г.

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
## по измерению концентраций полиоксиэтилен додецилового эфира в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом

Настоящие методические указания устанавливают метод спектрофотометрии для определения в воздухе рабочей зоны массовой концентрации полиоксиэтилен додецилового эфира в диапазоне 5 - 40 мг/м$^3$.

Полиоксиэтилен додециловый эфир - действующее вещество препарата А-100, Ж (800 г/л), фирма производитель «Кумиаи Кемикал Индастри Ко., Лтд», Япония.

$C_{12}H_{25}O\text{-}(CH_2CH_2O)_n\text{-}H$; где n: 0 - 30

$(C_2H_4O)_nC_{12}H_{26}O$

Мол. масса (средняя) 494

Светло-желтая прозрачная жидкость со слабым запахом. Температура замерзания: -12$^0$С. Плотность: 0,980 г/см$^3$ (40$^0$С). Растворимость в органических растворителях (г/100 см$^3$): ацетон – 200-400; гексан, гептан – менее 100; дихлорметан – более 400; метанол, этанол – более 400; ксилол – 100 - 200. Растворимость в воде при 25$^0$С: 714 – 833 г/дм$^3$. Вещество стабильно в водных растворах.

Агрегатное состояние в воздухе рабочей зоны - аэрозоль и пары.

*Область применения препарата*

Поверхностно-активное вещество А-100 применяется в качестве добавки к гербициду на рисе НОМИНИ, СК (400 г/л), вносимому после появления всходов сорняков, для улучшения биологической эффективности препарата. А-100 уменьшает поверхностное натяжение наносимого раствора, тем самым обеспечивая образование



gost.e-ecolog.ru

однородной пленки на поверхности листьев, что способствует лучшему прилипанию гербицида и ускорению проникновения его действующего вещества в сорные растения, в результате чего повышается скорость действия и эффективность гербицида.

Рекомендуемый ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) полиоксиэтилен додецилового эфира в воздухе рабочей зоны – 10 мг/м$^3$.

## 1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 25%, при доверительной вероятности 0,95.

## 2. Метод измерения

Измерения концентраций полиоксиэтилен додецилового эфира выполняют спектрофотометрическим методом, основанным на образовании извлекаемого бензолом комплексного соединения с роданидом калия и нитратом кобальта.

Отбор проб воздуха осуществляется концентрированием в дистиллированную воду.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 45 мкг.

Определению не мешают компоненты препаративной формы.

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

### *3.1. Средства измерений*

| | |
|---|---|
| Спектрофотометр с переменной длиной волны, типа СФ-46 (Россия) | ГОСТ 15150 |
| Весы аналитические ВЛА-200 | ГОСТ 24104 |
| Пробоотборное устройство ОП-442ТЦ (ЗАО "ОПТЭК", г. Санкт-Петербург) или аспирационное устройство ЭА-1 | ТУ 25-11-1414-78 |
| Барометр-анероид М-67 | ТУ 2504-1797-75 |
| Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления 1$^0$С, пределы измерения 0 - 55$^0$С | ТУ 215-73Е |
| Колбы мерные вместимостью 100 см$^3$ | ГОСТ 1770 |
| Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1.0, 2.0, 5.0, 10 см$^3$ | ГОСТ 29227 |

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

### *3.2. Реактивы*

| | |
|---|---|
| Препарат А-100, Ж (800 г/л), «Кумиаи Кемикал Индастри Ко., Лтд», Япония | |
| Бензол, хч | ГОСТ 5955 |
| Вода дистиллированная | ГОСТ 6709 |
| Калий роданистый, хч | ГОСТ 4139 |
| Кобальт (II) азотнокислый, 6-водный, чда | ГОСТ 4528 |
| Натрий хлористый, хч | ГОСТ 4233 |

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.

### *3.3. Вспомогательные устройства, материалы*

| | |
|---|---|
| Воронки конусные диаметром 30-37 мм | ГОСТ 25336 |
| Груша резиновая | |
| Поглотительные приборы Рыхтера | ТУ 25-11-1081-75 |
| Пробирки центрифужные | ГОСТ 25336 |
| Пробирки градуированные с пришлифованной пробкой, вместимостью 20-25 $см^3$ | ГОСТ 1770 |
| Стеклянные палочки | |
| Центрифуга | |

## 4. Требования безопасности

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1005-88.

4.2. При выполнении измерений с использованием спектрофотометра соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

## 5. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на спектрофотометре.

## 6. Условия измерений

При выполнении измерений 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 измерений на спектрофотометре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

## 7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят приготовление растворов, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

### *7.1. Приготовление раствора реактива*

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 7,91 г роданида калия и 2,8 г азотнокислого кобальта, растворяют в 60 – 70 $см^3$ дистиллированной воды, доводят водой до метки, тщательно перемешивают.

### *7.2. Приготовление исходного раствора полиоксиэтилен додецилового эфира для градуировки с массовой концентрацией 9 мг/см$^3$*

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ помещают 1,125 г препарата А-100, содержащего 800 г/$дм^3$ полиоксиэтилен додецилового эфира, доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают. Раствор хранится при комнатной температуре не более месяца.

### *7.3. Установление градуировочной характеристики*

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности (единицы оптической плотности) от концентрации полиоксиэтилен додецилового эфира в растворе (мкг/$см^3$), устанавливают методом абсолютной калибровки по 5-ти сериям растворов. Каждую серию, состоящую из 6-ти градуировочных растворов №№ 1-6, готовят в мерных колбах вместимостью 100 $см^3$. В каждую колбу вносят исходный раствор для градуировки (приготовленный по п. 7.2) в соответствии с таблицей, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Растворы готовят в день проведения градуировки.

Таблица

Растворы для установления градуировочной характеристики

| Номер раствора | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Объем исходного раствора полиоксиэтилен додецилового эфира с концентрацией 9 мг/см$^3$, см$^3$ | 0 | 0,5 | 1,0 | 1,5 | 3 | 4 |
| Концентрация полиоксиэтилен додецилового эфира в растворе. мкг/см$^3$ | - | 45 | 90 | 135 | 270 | 360 |

В градуированные пробирки вместимостью 25 см$^3$ помещают по 10 см$^3$ растворов (№№ 1 – 6) для установления градуировочной характеристики. В каждую пробирку вносят по 3,8 г хлористого натрия и 1,5 см$^3$ раствора реактива, приготовленного по п. 7.1. Пробирки интенсивно встряхивают до полного растворения соли. Затем в каждую пробирку добавляют по 4 см$^3$ бензола и снова интенсивно встряхивают в течение 2-х минут. После полного разделения фаз, верхний бензольный слой отбирают с помощью пипетки в центрифужные пробирки и центрифугируют в течение 5-ти минут при 3000 об/мин. Прозрачный раствор переносят в кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм и фотометрируют при длине волны 320 нм относительно градуировочного раствора № 1. Окраска устойчива в течение 24-х часов.

Строят градуировочный график зависимости оптической плотности раствора (ед. ОП), или его пропускания (%), от концентрации полиоксиэтилен додецилового эфира в растворе (мкг/см$^3$).

Стабильность градуировочной характеристики проверяют ежедневно по анализу трех стандартных растворов различной концентрации. Если значения оптической плотности отличаются более, чем на 10% от данных, заложенных в градуировочную характеристику, ее строят заново. используя свежеприготовленные градуировочные растворы.

### *7.4. Отбор проб*

Отбор проб воздуха проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-88 ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны".

В течение 15 минут отбирают 2-е параллельные пробы. для чего воздух аспирируют с объемным расходом 3 дм$^3$/мин через 2 поглотительных сосуда Рыхтера, заполненые 5 см$^3$ дистиллированной воды. установленные параллельно.

Для измерения концентрации полиоксиэтилен додецилового эфира на уровне 0,5 ОБУВ воздуха рабочей зоны необходимо отобрать 90 $дм^3$ воздуха (две параллельные пробы по 45 $дм^3$ воздуха). Срок хранения отобранных проб при комнатной температуре 2 дня.

## 8. Выполнение измерений

Содержимое поглотительных сосудов 2-х параллельных проб объединяют в градуированной пробирке вместимостью 20 – 25 $см^3$. В каждую пробирку вносят по 3.8 г хлористого натрия и 1.5 $см^3$ раствора реактива, приготовленного по п. 7.1. Пробирки интенсивно встряхивают до полного растворения соли. Затем в каждую пробирку добавляют по 4 $см^3$ бензола и снова интенсивно встряхивают в течение 2-х минут. После полного разделения фаз, верхний бензольный слой отбирают с помощью пипетки в центрифужные пробирки и цетрифугируют в течение 5-ти минут при 3000 об/мин. Прозрачный раствор переносят в кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм и фотометрируют при длине волны 320 нм относительно градуировочного раствора № 1, приготовленного одновременно с пробой.

Устанавливают интенсивность поглощения, с помощью градуировочного графика определяют концентрацию полиоксиэтилен додецилового эфира в растворе пробы.

Пробы, имеющие поглощение большее, чем градуировочный раствор с концентрацией полиоксиэтилен додецилового эфира 360 $мкг/см^3$, разбавляют бензолом.

## 9. Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию полиоксиэтилен додецилового эфира в пробе воздуха рабочей зоны X, $мг/м^3$, рассчитывают по формуле:

$$X = C*W_o / V_{20} \text{ , где}$$

X - содержание полиоксиэтилен додецилового эфира в пробе воздуха, $мг/м^3$;

C - концентрация полиоксиэтилен додецилового эфира в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, $мкг/см^3$;

$W_o$ - объем раствора пробы, $см^3$;

$V_{20}$ - объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 ° С), дм $^3$.

$$V_{20}= 0,386 *P* ut/(273+T),$$

где Т - температура воздуха при отборе пробы (на входе в аспиратор), град.С,

Р - атмосферное давление при отборе пробы, мм рт.ст.

u - расход воздуха при отборе пробы, дм$^3$/мин,

t - длительность отбора пробы, мин.

**10. Оформление результатов измерений**

Результат количественного анализа представляют в виде:

- результат анализа X (мг/м$^3$), характеристика погрешности δ, %, P = 0,95 или

X± Δ мг/м$^3$, P = 0,95. где

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100}, \text{ мг/м}^3$$

Результат измерений должен иметь тот же десятичный разряд, что и погрешность.

**11. Контроль погрешности измерений**

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с рекомендациями МИ 2335-95. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

**12. Разработчики**

Юдина Т.В., Федорова Н.Е., Рогачева С.К. (Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана, г. Мытищи Московской обл.).

gost.e-ecolog.ru