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 4.1.1711—4.1.1733—03

Выпуск 45

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра
здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
29 июня 2003 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций 4-гидроксиметил-4-метил-1-фенилпиразолидона (димезона S) в воздухе рабочей зоны

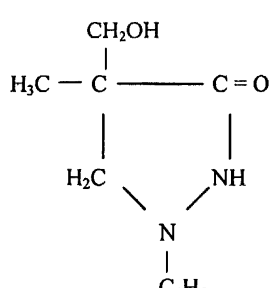
Методические указания МУК 4.1.1719—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный спектрофотометрический анализ воздуха рабочей зоны на содержание 4-гидроксиметил-4-метил-1-фенилпиразолидона в диапазоне массовых концентраций 0,5 – 10,0 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула $C_{11}H_{14}O_2N_2$.

2.3. Молекулярная масса 206,0.

2.4. Регистрационный номер CAS 013047-13-7.

2.5. Физико-химические свойства.

Димезон S – кристаллический порошок от светлого до светло-коричневого цвета, со слабым запахом, $T_{пл.}$ 122,5—125,0 °С, нерастворим в воде, растворим в этаноле и других органических растворителях, d = 1,2259 г/см^3 при 20 °С.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Обладает общетоксическим действием.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) димезона S в воздухе рабочей зоны – 1,0 мг/м^3.

3. Погрешность измерения

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 25 % для диапазона концентраций 0,5—2,0 мг/м^3, ± 15 % для диапазона концентраций 2,0—10,0 мг/м^3, при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации димезона S выполняют методом спектрофотометрии.

Метод основан на способности спиртовых растворов димезона S поглощать свет в ультрафиолетовой области спектра.

Измерение проводят при длине волны 250 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания димезона S в анализируемом объеме пробы – 5 мкг.

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

Метод селективен в условиях производства димезона S.

Определению не мешают сопутствующие вещества: толуол и хлористый водород.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

При выполнении измерений применяются следующие средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы.

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Спектрофотометр марки СФ-46	
Аспирационное устройство, модель 822	ГОСТ 2.6.01—86
Колбы мерные, вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки, вместимостью 0,1, 1, 5 и 10 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Пробирки колориметрические с притертыми пробками, вместимостью 10 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Бюксы стеклянные, вместимостью 50 $см^3$	ГОСТ 7148—70
Весы аналитические лабораторные ВЛР-200	ОСТ 24104—88Е
Фильтродержатель	ТУ 95-72-05—77
Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм	
Фильтры АФА-ВП-10	ТУ 95-743—80
Стеклянные палочки	ГОСТ 25336—82Е

5.2. Реактивы

Димезон S – с содержанием основного вещества не менее 95 %	ГОСТ 154.1.12—76
Спирт этиловый (этанол), хч	ГОСТ 5962—67

Допускается применение иных 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 легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005—88.

6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ должны соблюдаться меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91.

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 результатов допускаются лица с высшим или среднеспециальным образованием, имеющие навыки работы на спектрофотометре.

8. Условия измерений

Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении 84,0—106,0 кПа и влажности воздуха не более 80 %.

9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовка спектрофотометра, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

Основной стандартный раствор димезона S с концентрацией 100 мкг/см^3 готовят растворением 10,526 мг димезона S в этаноле в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Раствор устойчив в течение 7 дней.

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 димезона S, устанавливают по 6 сериям растворов из 5 параллельных определений для каждой серии согласно табл. 1.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении димезона S

Номер стандарта	Основной стандартный раствор димезона S, $см^3$	Этанол, $см^3$	Содержание димезона S в градуировочном растворе, мкг
1	0	5,0	0
2	0,05	4,95	5
3	0,1	4,9	10
4	0,2	4,8	20
5	0,5	4,5	50
6	0,6	4,4	60
7	1,0	4,0	100

Градуировочные растворы устойчивы в течение 24 ч.

Измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм при длине волны 250 нм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (раствор № 1 по табл. 1).

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

Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в три месяца или в случае изменения условий анализа.

9.4. Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 2 $дм^3$/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, помещенный в фильтродержатель. Для измерения $^1/_2$ ОБУВ димезона S необходимо отобрать 10 $дм^3$ воздуха. Отобранные пробы могут храниться в течение недели в холодильнике в пробирках с притертыми пробками.

10. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в бюкс и заливают 5 $см^3$ этанола. Оставляют на 5—10 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой. Степень десорбции димезона S с фильтра 98 %.

Далее анализ проводят аналогично градуировочным растворам. Оптическую плотность анализируемого раствора пробы измеряют аналогично градуировочным растворам по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробам, используя чистый фильтр.

Количественное определение содержания димезона S (мкг) в анализируемом объеме пробы проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

11. Выполнение результатов измерения

Массовую концентрацию димезона S в воздухе (С, мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a}{V}, \text{ где}$$

a – содержание вещества в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочному графику, мкг;

V – объем воздуха (дм^3), отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям (см. прилож. 1).

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа представляют в виде:

$$(C \pm 0{,}01\,\delta_\Sigma - C) \text{ мг/м}^3,\ P = 0{,}95, \text{ где}$$

δ_Σ – относительное значение суммарной погрешности;

C – значение массовой концентрации анализируемого компонента в пробе.

13. Контроль погрешности методики КХА

Значения характеристики погрешности, норматива контроля погрешности и норматива контроля воспроизводимости приведены в табл. 2.

Таблица 2

Диапазон определяемых массовых концентраций димезона S, мг/м^3	Наименование метрологической характеристики		
	Границы относительного значения суммарной погрешности $\pm\ \delta_\Sigma$, % ($P = 0{,}95$)	Норматив контроля воспроизводимости, D, %, ($P = 0{,}95$)	Норматив контроля погрешности, $K_д$, % ($P = 0{,}90$)
0,5—2,0	25	30	36
2,0—10,0	15	17	18

Метрологические характеристики приведены в виде зависимости от значения массовой концентрации анализируемого компонента в пробе – С.

13.1. Контроль погрешности

Контроль погрешности в одной серии с КХА рабочих проб.

Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха рабочей зоны. Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. После отбора пробы экстракт с фильтра делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с алгоритмом методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы – C_1. Во вторую часть делают добавку анализируемого компонента (Х). Величина добавки должна соответствовать 50—150 % концентрации анализируемого компонента в воздухе.

Пробы анализируют в точном соответствии с данной методикой. Результаты измерений C_1 и C_2 получают в одинаковых условиях, т. е. одним аналитиком с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия:

$$| C_1 - C_2 - X| \leq K_д, \text{ где}$$

C_1 – результат анализа рабочей пробы;

C_2 – результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза;

X – величина добавки анализируемого компонента;

$K_д$ – норматив контроля погрешности, мг/м^3 (табл. 2).

Значение $K_д$ при Р = 0,90 рассчитывают по формуле:

$$K_д = 0{,}84 \cdot \sqrt{\delta_{\Sigma}^2 + \delta_{\sum^2_{доб.}}}, \%, \text{ где}$$

δ_{Σ}^2 и $\delta_{\sum^2_{доб}}$ – относительные значение суммарных погрешностей измерения димезона S в исходной пробе и в пробе с добавкой, соответственно, %.

$$\delta_{\sum^2_{доб.}} = 100\, \Delta_{\sum_{доб.}} / X_{1\,доб.}, \%$$

При превышении норматива контроля процедуру повторяют. При повторном превышении норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам и устраняют их.

Контроль погрешности проводят не реже одного раза в три месяца. Обязательно проведение контроля после ремонта прибора, при смене партии реактивов.

13.2. Контроль воспроизводимости

Контроль воспроизводимости выполняют, используя реальные пробы воздуха. При этом отбор, подготовку пробы, выполнение измерений и обработку результатов выполняют в точном соответствии с данной МВИ, максимально варьируя условия проведения анализа: два аспиратора при одновременном отборе проб воздуха из одного места отбора, разные приборы, разные операторы, разные наборы посуды и реактивов.

Результат контрольной процедуры ($Д_к$) признают удовлетворительным, если выполняется условие:

$$Д_к = 2|X_1 - X_2| < 0{,}01 \cdot D\,|X_1 + X_2|$$

X_1 и X_2 – результаты измерений массовой концентрации анализируемого компонента, мг/м^3 ;

$D_к$ – норматив контроля воспроизводимости (табл. 2).

При превышении норматива контроля воспроизводимости эксперимент повторяют.

Контроль проводят не реже одного раза в три месяца. Обязательно проведение контроля после ремонта прибора, при смене партии реактивов.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 1 ч 30 мин.

Методические указания разработаны НИЦ «ЭКОС», Москва (В. А. Рыжов).

Приложение 1

Приведение объема воздуха к стандартным условиям

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 20 °С и давление 101,33 кПа) проводят по формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot (273+20) \cdot P}{(273+t) \cdot 101{,}33}, \text{ где}$$

V_t – объем воздуха, отобранного для анализа, дм^3;

P – барометрическое давление, кПа (101,33 кПа = 760 мм рт. ст.);

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

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (прилож. 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

	Давление Р, кПа/мм рт. ст.									
t° C	97,33/730	97,86/734	98,4/738	98,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,33/760	101,86/764
–30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
–26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
–22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
–18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551
–14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
–10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0986	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
–6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
–2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+ 2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+ 6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	0,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9432	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 3

Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ

	стр.
1. Димезон S	74
2. Индометацин	170
3. Имипротрин	97
4. Метомил	138
5. Метсульфурон-метил	146
6. Мирамистин	80
7. Ортофталевый альдегид	21
8. Пероксигидрат фторида калия	113
9. Перфтор-2-метил-3-окса-октановая кислота	162
10. Сульфенамид Т	88
11. Супражил $^{MNS}/_{90}$	121
12. Супражил WP	37
13. Тетраацетилэтилендиамин	29
14. Трибенуронметил	154
15. Хладон 227-еа	64
16. Цетилпиридиний хлорид моногидрат	45
17. Циклобутанкарбонитрил	129
18. Щавелевая кислота дигидрат	178
19. Этиленмочевина	105

gost.e-ecolog.ru