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 4.1.2089—4.1.2097—06

Выпуск 48

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
И37
И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний. Вып. 48.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008.—88 с.

1. Подготовлены: ГУ НИИ медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьева, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Н. Л. Гришечко, Г. Ф. Громова).

2. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-эпидемиологическому нормированию при Федеральной службе по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 26.06.06 № 20).

3. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 02 августа 2006 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Редакторы Н. Е. Акопова, Н. В. Кожока
Верстка Г. И. Климова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 15.12.08
Формат 60x88/16 Тираж 500 экз. Печ. л. 5,5
Заказ

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

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

© Роспотребнадзор, 2008
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2008

Содержание

Измерение массовых концентраций аммония нитрата с кальцием, магнием дикарбонатом (КАН) спектрофотометрическим методом в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2089—06 5
Измерение массовых концентраций возгонов каменноугольных смол и пеков (смолистых веществ) спектрально-флуоресцентным методом в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2090—06 13
Измерение массовых концентраций 1,1,2,3,4,4-гексафторбута-1,3-диена газохроматографическим методом в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2091—06 27
Измерение массовых концентраций 1,2-дихлор-2-йод-1,1,2-трифторэтана газохроматографическим методом в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2092—06 35
Измерение массовых концентраций 1,1,2,3,4,4-гексафтор-1,2,3,4-тетрахлорбутана газохроматографическим методом в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2093—06 43
Измерение массовых концентраций 1,2-дигидро-2,2,4-триметилхинолина (ацетонанил) фотометрическим методом в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2094—06 52
Измерение массовых концентраций 1,3,6,8-тетрааза-трицикло [6,2,1,1,3,6] додекана стереоизомера (дезигрина) спектрофотометрическим методом в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2095—06 61
Измерение массовых концентраций три(хлорэтил)фосфата в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2096—06 70
Измерение массовых концентраций 2-хлор-[(4-диметиламино-6-изопропилидениминоокси-1,3,5-триазин-2-ил) аминокарбонил]бензо-сульфамида (хлорсульфоксима) методом высокоэффективной жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2097—06 76
Приложение 1. Приведение объема воздуха к стандартным условиям 88
Приложение 2. Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям 87
Приложение 3. Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ 90

Введение

Сборник методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 48) 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 9 методических указаний 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—02 «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений» (части 1—6).

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», ГН 2.2.5.1314—03 «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 учреждений Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, 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
2 августа 2006 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций 1,3,6,8-тетрааза-трицикло [6,2,1,1,3,6] додекана стереоизомера (дезигрина) спектрофотометрическим методом в воздухе рабочей зоны

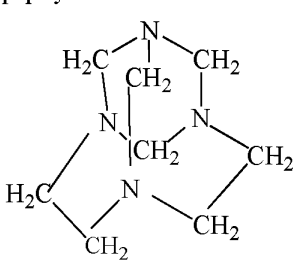
Методические указания
МУК 4.1.2095—06

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем дезигрина методом спектрофотометрии в диапазоне массовых концентраций 0,15—0,74 мг/м^3.

2 Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула $C_8H_{16}N_4$.
2.3. Молекулярная масса 168.

2.4. Регистрационный номер CAS 18304-79-5.

2.5. Физико-химические свойства.

Дезигрин – белый или желтовато-белый кристаллический порошок, температура плавления 196—201 °С, плотность 0,75 г/см^3, растворим в воде, этаноле, нерастворим в этиловом эфире, горюч: воспламеняется при соприкосновении с открытым огнем.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Дезигрин обладает специфическим раздражающим действием на кожу и слизистые оболочки.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) дезигрина в воздухе рабочей зоны – 0,3 мг/м^3.

Класс опасности – второй.

3. Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений при доверительной вероятности $P = 0,95$ не превышают значений, приведенных в табл. 1, для соответствующих диапазонов измерений.

Таблица 1

Диапазон измерений массовой концентрации 1,3,6,8-тетрааза-трицикло [6,2,1,1,3,6] додекана стереоизомера (дезигрина) в воздухе рабочей зоны, мг/м^3	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Показатель точности (границы относительной погрешности), $\pm \delta$, % при $P = 0,95$	Предел повторяемости, r, % $n = 2$, $P = 0,95$
0,15—0,74	8	8	18	22

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации дезигрина выполняют спектрофотометрическим методом.

Метод основан на взаимодействии дезигрина с серной кислотой с образованием формальдегида и реакции взаимодействия последнего с фуксинсернистым реактивом с последующим спектрофотометрическим определением окрашенных растворов в сине-фиолетовый цвет.

Измерение проводят при длине волны 570 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания дезигрина в анализируемом объеме пробы 50 мкг.

Нижний предел измерения концентрации дезигрина в воздухе 0,15 мг/м^3 (при отборе 420 дм^3 воздуха).

Метод специфичен в условиях производства дезигрина на стадиях его выгрузки, взвешивания и фасовки.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

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

5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Спектрофотометр марки СФ-26, предел допускаемого значения абсолютной погрешности 1 %, рабочий диапазон длин волн 190—1 100 нм	
Весы лабораторные общего назначения модели ВЛР-200 с наибольшим пределом взвешивания 200 г	ГОСТ 24104—88
Колбы мерные, 2-25-2, 2-100-2	ГОСТ 1770—74
Пипетки 1-1-2-1, 1-1-2-2, 1-1-2-5, 1-1-2-10	ГОСТ 29227—91
Термометр ТЛ-31-А, предел измерения 0—100 °С	ГОСТ 28498—90
Аспирационное устройство, модель 822	ТУ 64-1-862—82
Фильтродержатель, снабженный металлической сеткой	ТУ 95-72-05—77
Колбы конические, вместимостью 200 см^3	ГОСТ 25336—82
Бюксы, вместимостью 25 см^3	ГОСТ 25336—82
Пробирки колориметрические с притертыми пробками, вместимостью 10 см^3	ГОСТ 25336—82
Фильтры АФА-ХА-20	ТУ 95-743—80
Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм	
Стеклянные палочки	ГОСТ 25336—82

5.2. Реактивы, растворы

Дезигрин с содержанием основного вещества не менее 90,0 %	ТУ 9392-001-47274808—00
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Серная кислота, хч, уд. в. 1,84	ГОСТ 4204—77
Соляная кислота, хч, уд. в. 1,19	ГОСТ 3118—77

Натрий сернисто-кислый, 7-водный, (сульфит натрия), чда, 10 %-й раствор — ГОСТ 429—76

Фуксин основной для фуксинсернистой кислоты, чда — ТУ 6-09-4068—75

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 веществами по ГОСТ 12.1.005—88.

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

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим или среднеспециальным образованием, прошедшие обучение работе на спектрофотометре.

8. Условия измерений

8.1 Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении 84—106 кПа и относительной влажности 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: приготовление растворов, подготовку спектрофотометра, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. *Основной стандартный раствор дезигрина с концентрацией 1 мг/см^3* готовят растворением 27,5 мг дезигрина (с учетом содержания

основного вещества) в мерной колбе вместимостью 25 $см^3$ в дистиллированной воде. Раствор устойчив в течение недели.

9.1.2. *Стандартный раствор № 1 с концентрацией дезигрина 100 мкг/$см^3$* готовят разведением 2,5 $см^3$ основного стандартного раствора дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 25 $см^3$. Раствор устойчив в течение недели.

9.1.3. *Приготовление 10 %-го раствора сульфита натрия*. Помещают 10 г сульфита натрия в колбу вместимостью 100 $см^3$ и добавляют 90 $см^3$ дистиллированной воды. Используется свежеприготовленный раствор.

9.1.4. *Приготовление фуксинсернистого реактива*. Растворяют 0,2 г растертого в порошок кристаллического основного фуксина в 120 $см^3$ горячей дистиллированной воды (50—60) °С, раствор, не охлаждая, фильтруют, прибавляют 20 $см^3$ 10 %-го свежеприготовленного раствора сульфита натрия и 2,0 $см^3$ концентрированной соляной кислоты. Раствор количественно переносят в коническую колбу, закрывают ее пробкой и оставляют в темном месте на 24 ч. За это время раствор обесцвечивается или приобретает бледно-розовый оттенок. Реактив хранят в темной склянке в течение шести месяцев.

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 дезигрина, устанавливают по 7 сериям растворов из 5 параллельных определений для каждой серии согласно табл. 2.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении дезигрина

Номер раствора	Стандартный раствор дезигрина № 1, $см^3$	Дистиллированная вода, $см^3$	Концентрация дезигрина в градуировочном растворе, мкг/$см^3$	Содержание дезигрина в градуировочном растворе, мкг
1	0	4,0	0	0
2	0,5	3,5	12,5	50
3	0,7	3,3	17,5	70
4	0,8	3,2	20,0	80

5	1,0	3,0	25,0	100
6	1,5	2,5	37,5	150
7	2,0	2,0	50,0	200
8	2,5	1,5	62,5	250

Градуировочные растворы устойчивы в течение 6 ч.

В подготовленные градуировочные растворы добавляют по 0,5 $см^3$ концентрированной серной кислоты, пробу перемешивают и оставляют на 5 мин, затем добавляют 1,0 $см^3$ фуксинсернистого реактива. Через 30 мин измеряют оптическую плотность окрашенных растворов в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм при длине волны 570 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 величины содержания вещества в градуировочном растворе (мкг).

Проверка градуировочной характеристики проводится 1 раз в три месяца или в случае использования новой партии реактивов, изменений условий анализа.

9.4. Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 20 $дм^3$/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА-20, помещенный в фильтродержатель, снабженный металлической сеткой. Для измерения ½ ПДК дезигрина необходимо отобрать 420 $дм^3$ воздуха. Отобранные пробы могут храниться в пробирках с притертыми пробками в течение месяца.

10. Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой помещают в бюксу, заливают 5 $см^3$ дистиллированной воды и оставляют на 10—15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения дезигрина. Затем фильтр отжимают и удаляют. Для анализа отбирают 4,0 $см^3$ раствора пробы. Далее анализ проводят аналогично построению градуировочной характеристики.

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

Степень десорбции дезигрина с фильтра 98 %.

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

11. Вычисление результатов измерений

11.1. Массовую концентрацию дезигрина в воздухе (C, мг/м^3) вычисляют по формуле (1):

$$\tilde{N} = \frac{a \cdot B}{\acute{a} \cdot V}, \text{ где} \qquad (1)$$

a – содержание дезигрина в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

B – общий объем раствора пробы, см^3;

$б$ – объем раствора пробы, взятой для анализа, см^3;

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

11.2. За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (2):

$$\frac{2 \cdot \left|\tilde{N}_1 - \tilde{N}_2\right| \cdot 100}{\left(\tilde{N}_1 + \tilde{N}_2\right)} \le r, \text{ где} \qquad (2)$$

C_1, C_2 – результаты параллельных определений, мг/м^3;

r – значение предела повторяемости (табл. 1).

11.3. Если условие (2) 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 (3):

$$\frac{4 \cdot \left|\tilde{N}_{max} - \tilde{N}_{min}\right| \cdot 100}{\left(\tilde{N}_1 + \tilde{N}_2 + \tilde{N}_3 + \tilde{N}_4\right)} \le CR_{0,95}, \text{ где} \qquad (3)$$

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

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

$$\tilde{N}R_{0,95} = f(n) \cdot \sigma_r$$

Для $n = 4$.

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

Если условие (4) не выполняется, выясняют причины превышения 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:

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

$C_{ср}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми (п.п. 11.2, 11.3), мг/м^3;

δ – границы относительной погрешности, % (табл. 1).

В случае, если содержание 1,3,6,8-тетрааза-трицикло (6,2,1,1,3,6) додекана стереоизомера (дезигрина) в воздухе рабочей зоны ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация дезигрина в воздухе рабочей зоны менее 0,15 мг/м^3 (более 0,74 мг/м^3)».

13. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых измерений регламентируется в руководстве по качеству лаборатории.

Контроль стабильности результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляется по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя метод контроля стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения повторяемости по п. 6.2.2 ГОСТ Р ИСО 5725-6 и показателя правильности по п. 6.2.4 ГОСТ Р ИСО 5725-6. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

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

При неудовлетворительных результатах контроля, например, превышение предела действия или регулярное превышение предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в т. ч. проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

14. Нормы затрат времени на анализ

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

Методические указания разработаны ГУ НИИ медицины труда РАМН (Е. Н. Грицун).

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:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot (273 + 20) \cdot Ð}{(273 + t) \cdot 101{,}33}$$, 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 3

Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ

стр.
1. Ацетонанил 51
2. Дезигрин 60
3. КАН 5
4. Смолистые вещества 13
5. Хлорсульфоксим 76

gost.e-ecolog.ru