Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.2243—4.1.2259—07

Выпуск 49

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—224 с.

1. Подготовлены: ГУ НИИ медицины труда РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Г. В. Муравьёва, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Н. Л. Гришечко, 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 № 2 от 21.06.2007).

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

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Технический редактор Г. И. Климова

Подписано в печать 19.11.09

Формат 60x88/16 Печ. л. 14,0

Тираж 500 экз. Заказ

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

© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

Содержание

Введение 5
Измерение массовых концентраций бенз(а)пирена в воздухе рабочей зоны спектрально-флуоресцентным методом: МУК 4.1.2243—07 6
Измерение массовых концентраций 2-бензил-4-хлорфенола (БХФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2244—07 30
Измерение массовых концентраций 2-[4-(1,3-бензодиоксол-5-илметил)-1-пиперазинил]пиримидина (ПИРИБЕДИЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2245—07 43
Измерение массовых концентраций 3-[3-(1,1'-бифенил)-4-ил-1,2,3,4-тетрагидро-1-нафталенил]-4-гидрокси-Н-1-бензопиран-2-она (дифенакум) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии(ВЭЖХ): МУК 4.1.2246—07 53
Измерение массовых концентраций N-[[(гексагидроциклопента[с]пиррол-2(1Н)-ил)амино]карбонил]-4-метилбензенсульфонамида (ГЛИКЛАЗИД) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (ВЭЖХ): МУК 4.1.2247—07 63
Измерение массовых концентраций 3-(аминосульфонил)-4-хлор-N-(2,3-дигидро-2-метил-1Н-индол-1-ил)бензамида (ИНДАПАМИД) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2248—07 74
Измерение массовых концентраций 2-фенилфенола (4-фенилгидроксибензола, орто-фенилфенола, ФФ) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2249—07 84
Измерение массовых концентраций (±)-цис-1-Ацетил-4-[4-[[2-(2,4-дихлорфенил)-2-(1Н-имидазол-1-илметил)-1,3-диоксолан-4-ил]метокси]фенил]пиперазина (КЕТОКОНАЗОЛ) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2250—07 97
Измерение массовых концентраций тетракарбонила никеля (ТКН) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2251—07 112
Измерение массовых концентраций суммы стероидных сапонинов Юкки Шидигера в воздухе рабочей зоны методом хромато-масс-спектрометрии: МУК 4.1.2252—07 130
Измерение массовых концентраций (±)-N-метил-гамма-[4-(трифторметил) фенокси] бензолпропанамина гидрохлорида (флуоксетин) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом: МУК 4.1.2253—07 146

Измерение массовых концентраций поли-1,4β-О-ацетатбутаноат-Д-пиранозил-Д-глюкопиранозы (АЦЕТОБУТИРАТ ЦЕЛЛЮЛОЗЫ) спектрофотометрическим методом в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2254—07 156

Измерение массовых концентраций N-[2-[(2,6-диметилфенил)амино]-2-оксоэтил]-N,N-диэтил-бензолметанаминийбензоата (бензилдиэтил ((2,6-ксилилкарбомоил)-метил)аммоний бензоата, денатония бензоата, битрекса) в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии: МУК 4.1.2255—07 166

Измерение массовых концентраций диметилсульфоксида (ДМСО) в воздухе рабочей зоны методом газовой хроматографии: МУК 4.1.2256—07 179

Измерение массовых концентраций 2-(диметиламино)этанола (N,N-диметилэтаноламина), 1,4-диазабицикло [2,2,2]октана (триэтилендиамина) и 2-аминоэтанола (этаноламина) при совместном присутствии их в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом: МУК 4.1.2257—07 190

Измерение массовых концентраций ди-(2-гидроксиэтил)-амина (диэтаноламина) методом газовой хроматографии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2258—07 205

Измерение массовых концентраций 3-изотиоцианатпроп-1ена (2-пропенилизотиоцианат, горчичное масло) методом спектрофотометрии в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.2259—07 215

Введение

Сборник Методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 49) 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 измерениий», 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 2.2.5.1314-03 «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 центров Госсанэпиднадзора, 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
17 августа 2007 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций 2-(диметиламино)этанола (N,N-диметилэтаноламина), 1,4-диазабицикло [2,2,2]октана (триэтилендиамина) и 2-аминоэтанола (этаноламина) при совместном присутствии их в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом

Методические указания
МУК 4.1.2257—07

1. Область применения

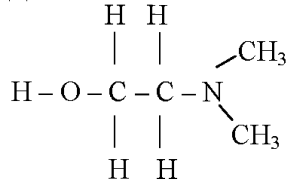
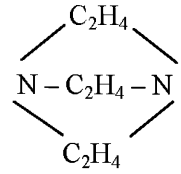
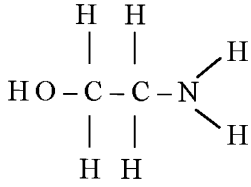
Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем диметилэтаноламина, триэтилендиамина и этаноламина методом газовой зроматографии в диапазоне массовых концентраций 1—50 мг/м^3, 0,5—10 мг/м^3 и 0,25—5 мг/м^3, соответственно.

2. Характеристика вещества

Структурная и эмпирическая формулы, молекулярная масса, регистрационный номер CAS и физико-химические свойства определяемых веществ (п .2.1.—2.5) представлены в табл. 1.

Таблица 1

Структурная и эмпирическая формулы, молекулярная масса, регистрационный номер CAS и физико-химические свойства определяемых веществ

Структурная и эмпирическая формулы	Молекулярная масса	CAS	Физико-химические свойства			
			Агрегатное состояние	$T_{кип.}$ (С)	Растворимость	Агрегатное состояние в воздухе
N,N-Диметилэтаноламин  $C_4H_{11}NO$	89,14	108-01-0	Бесцветная жидкость	135	Вода, этанол, ацетон, бензол	Пары
Триэтилендиамин  $C_6H_{12}N_2$	112,18	280-57-9	Белый кристаллический порошок	174	Вода, этанол, бензол, этилацетат	Пары
Этаноламин  C_2H_7NO	61,08	141-43-5	Бесцветная вязкая, гигроскопическая жидкость	171	Вода, этанол	Пары, аэрозоль

2.6. Токсикологическая характеристика

Токсическое действие аминоспиртов характеризуется в основном поражением центральной нервной системы.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) в воздухе рабочей зоны N,N-диметилэтаноламина -5 мг/м^3, класс опасности 3, этаноламина – 0,5 мг/м^3, класс опасности 2.

Триэтилендиамин – соединение со слабо выраженными кумулятивными свойствами. Наиболее поражаемыми являются нервная система, печень. При нанесении на кожу вызывает местные и резорбтивные раздражения.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) триэтилендиамина в воздухе рабочей зоны – 1 мг/м^3, класс опасности 2.

3. Метрологические характеристики

Настоящая методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностями, не превышающими значений, приведенных в табл. 2

Таблица 2

Приписанные характеристики погрешности МВИ и ее составляющих при доверительной вероятности 0,95

Определяемый компонент	Диапазон анализируемых массовых концентраций компонента, мг/м^3	Показатель повторяемости (среднего квадратического отклонения повторяемости), $\sigma_r(\Delta)$, %отн.	Показатель воспроизводимости (среднего квадратического отклонения воспроизводимости), $\sigma_R(\Delta)$, %отн.	Показатель правильности (границы, в которых находится неисключенная систематическая погрешность методики), $\pm\Delta_c$, % отн.	Показатель точности (P = 0,95), $\pm\Delta$, % отн.
2-(диметиламино) этанол (N,N-Диметилэтаноламин)	От 1,0 до 50	3,0	3,4	19	20
1,4-диазабицикло[2,2,2] октан (Триэтилендиамин)	От 0,5 до 10	3,9	4,4	19	21
2-аминоэтанол (Этаноламин)	От 0,25 до 5,0	3,3	3,5	21	22

4. Метод измерений

Измерение массовых концентраций N,N-диметилэтаноламина, триэтилендиамина, этаноламина выполняют методом газожидкостной хроматографии.

Отбор проб проводят с концентрированием в поглотительный прибор, заполненный поглотительным раствором.

Определение N,N-диметилэтаноламина и триэтилендиамина основано на обработке аликвоты поглотительного раствора гидроксидом калия в герметичном сосуде с последующим хроматографическим анализом газовой фазы с применением термоионного детектора.

Нижний предел измерения концентраций триэтилендиамина в анализируемом растворе 0,5 мкг/см^3, N,N-диметилэтаноламина – 1 мкг/см^3.

Нижний предел измерения массовых концентраций триэтилендиамина в воздухе 0,5 мг/м^3, N,N-диметилэтаноламина 1 мг/м^3 (при отборе 6 дм^3 воздуха). Определению не мешают углеводороды, этиленгликоль, толуилендиизоцианат, этаноламин.

Определение этаноламина основано на обработке аликвоты поглотительного раствора гидроксидом натрия, экстракции толуолом, получении с помощью пентафторпропионового ангидрида продукта взаимодействия – амида и хроматографировании последнего с электроннозахватным детектором.

Нижний предел измерения концентрации этаноламина в анализируемом растворе составляет 0,25 мкг/см^3.

Нижний предел измерения массовых концентраций этаноламина в воздухе 0,25 мг/м^3 (при отборе 6 дм^3 воздуха).

Триэтилендиамин, N,N-диметилэтаноламин, углеводороды и толуилендиизоцианат не мешают определению.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Хроматограф лабораторный газовый «Цвет-500», оборудованный термоионным и электроннозахватным детекторами	
Весы лабораторные ВЛР-200 с ценой деления ± 0,1 мг	ГОСТ 24104—2001
Гири	ГОСТ 7328—2001
Секундомер	ТУ 25-1894.003—90

Система обработки хроматографической информации «Полихром», ТОО «Инфохром», г. Москва	ТУ 25-7473-0009—94
Колбы мерные 2-25-2, 2-100-2, 2-1000-2	ГОСТ 1770—74
Пенициллиновые флаконы вместимостью 16 $см^3$ с резиновыми пробками, фторпластовыми прокладками и алюминиевыми колпачками	
Пресс для обжима колпачков на флаконе	ТУ 42-2-2442—73
Низкотемпературная лабораторная электропечь SNOL 67/350 Изделие соответствует требованиям директивы электромагнитной со вместимости 89/336/EEC Европейского Союза.	
Устройство для перегонки	ГОСТ 25336—82
Чашка выпарительная вместимостью 100 $см^3$	ГОСТ 25336—82
Пипетки 1-1-2-1; 1-1-2-2; 1-1-2-5; 1-1-2-10	ГОСТ 29227—91
Микрошприц МШ-10	ГОСТ 8043—74
Шприц медицинский стеклянный с поршнем с силиконовой прокладкой, вместимостью 1$см^3$	ТУ 64-1-789—83
Колонки хроматографические стеклянные 100 х 0,3 см	ГОСТ 16285—80
Воронка делительная ВД-3-10	ГОСТ 25336—82
Пробирки П- 4-1-10/19,	ГОСТ 25336—82
и П-1-10-0,1 ХС	ГОСТ 1770—74
Стекловолокно	ГОСТ 10146—79
Поглотительные приборы с пористой пластинкой	ТУ 25-11-1081—75
Аспирационное устройство, ПУ-2Э	ТУ 4215-000-11696625—2003
Дистиллятор	ТУ 61-1-721—79
Насос водоструйный вакуумный	ГОСТ 10696—75

5.2. Реактивы

Этаноламин, МСО 0046-1993, с концентрацией 1 $мг/см^3$	
N,N-Диметилэтаноламин, с содержанием основного вещества 99,4 %	ТУ 6-02-1086—91
Триэтилендиамин, с содержанием основного вещества 97 %	ТУ 6-09-4234—77

Гидроксид натрия, х.ч., насыщенный водный раствор	ГОСТ 4328—77
Кислота соляная, хч	ГОСТ 3118—77
Кислота уксусная, хч	ГОСТ 61—75
Пентафторпропионовый ангидрид (пр-во Англия, Lakcaster)	
Толуол, чда	ГОСТ 5789—78
Хлороформ, хч	ГОСТ 215—74
Ацетон, хч	ГОСТ 2603—71
Спирт этиловый (этанол), ректификованный	ГОСТ Р 51652—2000
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Дигидрофосфат калия, хч	ГОСТ 4198—75
Гидрофосфат натрия, хч	ГОСТ 4172—76
Сернокислый натрий, безводный, ч	ГОСТ 4166—76
Гидроксид калия, чда	ГОСТ 14262—78
Насадки для хроматографических колонок: № 1 – 5 % OV-17 на Инертоне Супер (0,125—0,16 мм), № 2 – 5 % Carbowax 20M и 5 % гидроксид калия на Хроматоне N-AW-HMDS (0,25—0,315 мм)	
Азот особой чистоты газообразный, МРТУ 6-02-375—66, водород технический марки А	ГОСТ 9297—74
воздух сжатый, класс 7, в баллонах с редукторами	ГОСТ 3022—89

Примечание: Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов по метрологическим характеристикам и качеству не хуже указанных в данном разделе.

6. Требования безопасности

6.1. При работе с химическими реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсическими, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.005—88.

6.2. При работе с легковоспламеняющимися веществами необходимо соблюдать меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения, ГОСТ 12.4.009—90.

6.3. При выполнении измерений с использованием газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации приборов.

6.4. При работе со сжатыми газами необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под

давлением», утвержденные постановлением Госгортехнадзора России № 91 от 11.06.2003 и ГОСТ 12.2.085—2002. Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор.

7. Требования к квалификации оператора

К работе по выполнению измерений и обработке результатов допускают лиц со специальным химическим образованием, имеющих навыки работы в химической лаборатории и на газовом хроматографе.

8. Условия измерений

8.1. При проведении измерений в лаборатории должны быть выполнены следующие условия:

температура воздуха (20 ± 5) °С

атмосферное давление 84—106 кПа

относительная влажность воздуха от 30 до 80 %.

8.2. Выполнение измерений на газовом хроматографе проводят при следующих условиях:

– напряжение питания 220 (+22—33) В

частота переменного тока (50 ± 1) Гц

8.3. Порядок подключения лабораторного хроматографа производится согласно технической документации на хроматограф.

9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовку хроматографических колонок, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Гидроксид калия 5 % раствор. 3,16 г гидроксида калия растворяют в 60 $см^3$ этилового спирта.

9.1.2. Carbowax 20M 5 % раствор. 3,16 г Carbowax 20M растворяют в 60 $см^3$ хлороформа.

9.1.3. Поглотительный раствор.

К 100 $см^3$ дистиллированной воды приливают 22 $см^3$ уксусной и 35 $см^3$ соляной кислот и до 1 $дм^3$ доводят дистилированной водой.

9.1.4. Дигидрофосфат калия, 9 % раствор.

Дигидрофосфат калия перекристаллизовывают из водного раствора и высушивают при 110—120 °С, затем растворяют 9 г в 91,0 $см^3$ дистиллированной воды.

9.1.5. Гидрофосфат натрия, 12 % раствор.

Гидрофосфат натрия перекристаллизовывают из водного раствора и высушивают при 35 °С. Затем растворяют 12 г в 88 $см^3$ дистиллированной воды.

9.1.6. Фосфатнокислый буферный раствор pH 7.

Готовят смешением 39 $см^3$ раствора дигидрофосфата калия и 61 $см^3$ гидрофосфата натрия.

9.1.7. Исходный стандартный раствор N,N-диметилэтаноламина № 1.

В предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ с 10 $см^3$ поглотительного раствора вносят 1—2 капли N,N-диметилэтаноламина, проводят повторное взвешивание и доводят до метки поглотительным раствором. По разности весов вычисляют концентрацию вещества в растворе (мкг/$см^3$). Раствор устойчив 15 суток в холодильнике.

9.1.8. Рабочий стандартный раствор N,N-диметилэтаноламина № 2, с концентрацией 100 мкг/$см^3$.

Готовят разбавлением стандартного раствора № 1 поглотительным раствором. Раствор устойчив 5 суток в холодильнике.

9.1.9. Исходный стандартный раствор триэтилендиамина № 1, с концентрацией 1000 мкг/$см^3$.

В предварительно взвешенную мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ с 10 $см^3$ поглотительного раствора вносят 25 мг вещества, проводят повторное взвешивание, доводят до метки поглотительным раствором. Раствор устойчив 15 суток в холодильнике.

9.1.10. Рабочий стандартный раствор триэтилендиамина № 2, с концентрацией 100 мкг/$см^3$.

В мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ вносят 10 $см^3$ раствора триэтилендиамина № 1 и доводят до метки поглотительным раствором. Раствор устойчив 5 суток в холодильнике.

9.1.11. Стандартный раствор этаноламина, с концентрацией 100 мкг/$см^3$.

В мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ вносят 2,5 $см^3$ этаноламина (1 мг/$см^3$) и доводят до метки поглотительным раствором. Раствор устойчив 5 суток.

9.2. Подготовка хроматографической колонки.

Стеклянные колонки промывают дистиллированной водой, ацетоном, хлороформом и затем высушивают в токе азота или воздуха.

Колонка № 1. Колонку заполняют с помощью вакуумного насоса готовой хроматографической насадкой с 5 % OV-17 на Инертоне Супер, оставляя пустым конец, входящий в испаритель колонки, устанавливают в термостате хроматографа без подсоединения к детектору и кондиционируют в течение 8 ч при постепенном повышении температуры от 100 до 200 °С и расходе газа-носителя 20 $см^3$/мин.

Колонка № 2. В фарфоровую чашку высыпают 2 г Хроматона N-AW-HMDS и заливают 60 $см^3$ раствора гидроксида калия. Испаряют этанол, нагревая насадку на водяной бане до сыпучего состояния. Затем насадку заливают 60 $см^3$ раствора Carbowax 20M, также испаряют хлороформ и окончательно высушивают насадку при 100—110 °С. Колонку заполняют подготовленным сорбентом, оставляя пустым конец колонки, входящий в испаритель. Колонку устанавливают в термостате хроматографа и кондиционируют в течение 10—12 ч без подсоединения к детектору при постепенном повышении температуры от 70 до 150 °С и расходе газа-носителя 20 $см^3$/мин.

Подготовленные колонки подсоединяют к детекторам и кондиционируют до стабилизации нулевой линии при макисмальной чувствительности прибора.

9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость значения хроматографического сигнала от концентрацици диметилэтаноламина, триэтилендиамина и этаноламина, устанавливают методом абсолютной калибровки. Для этого вводят в хроматограф 0,5 см паровоздушной фазы при определении диметилэтаноламина и триэтилендиамина и 1 мм раствора этаноламина. Градуировочную характеристику строят в координатах: концентрация вещества (мкг/$см^3$) – высота пика (мм). Градуировку выполняют по шести точкам, для каждой концентрации и холостой пробы и проводят пять параллельных измерений согласно табл. 3, 4, 5.

9.3.1. Установление градуировочной характеристики N,N-диметилэтаноламина и триэтилендиамина.

Растворы для градуировки N,N-диметилэтаноламина и триэтилендиамина готовят в соответствии с табл. 3 и табл. 4.

Таблица 3

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении N,N-диметилэтаноламина

№ градуировочного раствора	Объём рабочего стандартного раствора N,N-диметилэтаноламина № 2, с массовой конц. 100 мкг/см^3, см^3	Объём поглотительного раствора, см^3	Массовая концентрация градуировочного раствора диметилэтаноламина, мкг/см^3
1	0,0	100,0	0
2	1,0	99,0	1,0
3	2,0	98,0	2,0
4	3,0	97,0	3,0
5	10,0	90,0	10,0
6	20,0	80,0	20,0
7	50,0	50,0	50,0

Таблица 4

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении триэтилендиамина

№ градуировочного раствора	Объём рабочего стандартного раствора триэтилендиамина № 2, с массовой концю 100 мкг/см^3, см^3	Объём поглотительного раствора, см^3	Массовая концентрация градуировочного раствора триэтилендиамина, мкг/см^3
1	0,0	100,0	0,0
2	0,5	99,5	0,5
3	1,0	99,0	1,0
4	2,0	98,0	2,0
5	4,0	96,0	4,0
6	6,0	94,0	6,0
7	10,0	90,0	10,0

Градуировочные растворы устойчивы в течение 2-х суток.

Для установления градуировочной характеристики N,N-диметилэтаноламина и триэтилендиамина по 2 см^3 градуировочных растворов помещают в пенициллиновые флаконы, содержащие по10 г гидроксида калия. Пенициллиновые флаконы закрывают резиновыми пробками с фторопластиковыми прокладками и обжимают прессом. Встряхивают флаконы несколько раз, помещают в термостат и выдерживают 5 мин при температуре 80 °С. Анализируют 0,5 см^3 паровоздушной фазы, отбирая ее шприцем, предварительно прогретым при температуре 80 °С.

Условия хроматографирования градуировочных паровоздушных смесей и анализируемых проб:

колонка №2, соединенная с термоионным детектором
температура детектора
температура колонки
температура испарителя
расход газа-носителя (азот)
расход водорода
расход воздуха
время удерживания N,N-диметилэтаноламина
время удерживания триэтилендиамина
объём вводимой пробы

Градуировку проводят каждый раз перед проведением измерений по одному из градуировочных растворов.

9.3.2. Установление градуировочной характеристики этаноламина.

Растворы этаноламина для градуировки готовят в соответствии с табл. 5.

Таблица 5

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении этаноламина

№ градуировочного раствора	Объём стандартного раствора этаноламина с массовой конц. 100 мкг/см^3, см^3	Объём поглотительного раствора, см^3	Массовая концентрация градуировочного раствора этаноламина, мкг/см^3
1	0	100,0	0
2	0,25	99,75	0,25
3	0,5	99,5	0,5
4	1,0	99,0	1,0
5	2,0	98,0	2,0
6	3,0	97,0	3,0
7	5,0	95,0	5,0

Градуировочные растворы устойчивы в течение 2-х суток.

Для установления градуировочной характеристики этаноламина по 1 см^3 раствора помещают в делительную воронку, добавляют 1 см^3 насыщенного раствора гидроксида натрия, 1 см^3 толуола и проводят экстракцию в течение 1 мин. После полного расслоения фаз отделяют толуольный слой, переводят его в пробирку вместимостью 1 см^3, добавляют 5 мм^3 пентафторпропионового ангидрида, закрывают пробкой и встряхивают несколько раз. Через 10 мин толуольный экстракт поме-

щают в делительную воронку, добавляют 1 см^3 фосфатно-кислого буферного раствора pH 7 и встряхивают несколько раз. Толуольный слой отделяют и переводят в пробирку вместимостью 1 см^3, добавляют 0,4 г сернокислого натрия и через 2—3 мин хроматографируют 1 мм^3.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

колонка №1, соединенная с электронозахватным детектором
температура колонки
температура испарителя
температура детектора
расход газа-носителя
время удерживания этаноламина
объём вводимой пробы

Проверку стабильности градуировочной характеристики проводят при изменении условий анализа, после ремонта хроматографа, замены колонки, но не реже одного раза в месяц.

9.4. Отбор проб воздуха

Отбор проб следует проводить 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», п. 2 контроль соответствия максимальным ПДК.

Воздух с объемным расходом 2 дм^3/мин аспирируют через поглотительный прибор с пористой пластинкой, содержащий 6 см^3 поглотительного раствора. Для измерения массовых концентраций аминов на уровне ½ ПДК следует отобрать 6 дм^3 воздуха.

Отобранные пробы хранятся в течение суток в холодильнике.

10. Выполнение измерений

10.1. Содержимое поглотительного прибора количественно переносят в пробирки и доводят поглотительным раствором содержимое пробирок до объёма 6 см^3.

10.2. Выполнение измерений этаноламина.

1 см^3 пробы из поглотительного прибора вносят в делительную воронку и далее последовательность анализа такая же как при определении градуировочной характеристики.

10.3. Выполнение измерений N,N-диметилэтаноламина и триэтилендиамина

2 $см^3$ пробы из поглотительного прибора вносят в пенициллиновый флакон с 10 г гидроксида калия, флакон закрывают пробкой с прокладкой из фторопластовой пленки, герметизируют и далее последовательность анализа такая же как при определении градуировочной характеристики.

11. Вычисление результатов измерений

Проводят измерения концентрации аминов в анализируемой пробе по градуировочной характеристике с использованием компьютерной системы обработки хроматографической информации, C_x (мкг/$см^3$)

Концентрацию амина в воздухе (С, мг/$м^3$) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{C_x \cdot V_{пр.}}{V_{20}}, \text{ где}$$

$V_{пр.}$ – общий объем пробы, $см^3$;

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

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, если выполняется следующее неравенство:

$$\frac{x_{max} - x_{min}}{\bar{x}} \cdot 100 \le r, \text{ где}$$

x_{max}, x_{min} – максимальный и минимальный результат параллельных определений;

$\bar{x}$ – среднее арифметическое результатов параллельных определений;

r – предел повторяемости (допускаемое расхождение между результатами параллельных определений).

Значение предела повторяемости представлено в табл. 6.

Таблица 6

Диапазон измерений значения пределов повторяемости и воспроизводимости при доверительной вероятности 0,95

Определяемый компонент	Диапазон анализируемых массовых концентраций компонента, мг/м^3	Предел повторяемости, (для 2 результатов параллельных определений), r,% отн.	Предел воспроизводимости (для двух результатов анализа) R, % отн.
2-(диметиламино) этанол (N,N-Диметилэтаноламин	От 1,0 до 50	8,3	9,4
1,4-диазабицикло[2,2.2] октан (Триэтилендиамин	От 0,5 до 10	11	12
2-аминоэтанол (Этаноламин)	От 0,25 до 5,0	9,1	9,7

При превышении предела повторяемости, определения повторяют. При повторном превышении указанного норматива анализ прекращают до выяснения причин, приводящих к неудовлетворительным результатам контроля и устранения их.

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа «С» в мг/м^3 представляют в виде

$$C \pm \Delta \ (P = 0,95)$$

В случае, если N,N-диметилэтаноламина, триэтилендиамина и этаноламина в воздухе рабочей зоны ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация N,N-диметилэтаноламина, триэтилендиамина и этаноламина в воздухе рабочей зоны менее 1,0; 0,5; 0,25 мг/м^3 (более 50; 10; 5 мг/м^3) соответственно.

13. Контроль точности в форме стабильности градуировочной характеристики

13.1. Для контроля стабильности градуировочной характеристики готовят 3 контрольных пробы с концентрацией амина, относящейся к началу, середине и концу градуировочной характеристики. Последовательно анализируют контрольные пробы, проводят определение концентрации амина с помощью градуировочных характеристик и сравнивают результаты анализов с реальным значением концентрации амина в пробе, рассчитанным по процедуре приготовления.

13.2. Стабильность градуировочной характеристики считают удовлетворительной, если для каждой контрольной точки выполняется следующее неравенство:

$$\left|\frac{C_0 - C_г}{C_0}\right| \times 100\ \% \le K_г, \text{ где}$$

$C_0 - C_г$ – расхождение между аттестованным по процедуре приготовления значением концентрации и концентрацией определенной с помощью градуировочных характеристик, мкг/см^3;

$C_г$ – концентрация амина, определенная по градуировочной характеристики;

$K_г$ – норматив контроля стабильности градуировочной характеристики.

$$K_г = 15\ \%\ \text{отн.}$$

13.3. Контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляется не реже одного раза в 3 месяца. Градуировочная характеристика считается стабильной, если отклонение не превышает $\pm K_г$. Если условие не выполняется, эксперимент повторяют. Если результат повторного сравнения неудовлетворительный, то выясняют причины, приводящие к получению неудовлетворительных результатов контроля, и устраняют их. В случае невозможности устранения причин, приводящих к превышению норматива, градуировочной характеристики график строят вновь.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения одного анализа, включая отбор проб, требуется два ч.

Методические указания разработаны: Е. А. Комраковой и Л. В. Мельниковой (Нижегородский НИИ гигиены и профпатологии).

gost.e-ecolog.ru