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 N,N-диметил-N-[3-[1-оксотетрадецил)амино]-пропил] бензолметанамминий хлорида гидрата (мирамистина) в воздухе рабочей зоны

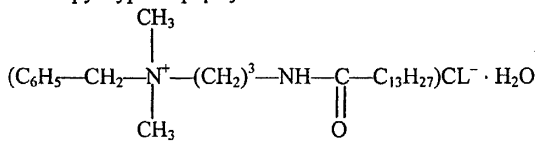
Методические указания МУК 4.1.1720—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный спектрофотометрический анализ воздуха рабочей зоны на содержание мирамистина в диапазоне массовых концентраций 0,5—7,5 мг/м³.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула:



2.2. Эмпирическая формула $C_{26}H_{47}CLN_2O\,H_2O$.
2.3. Молекулярная масса 457,14.
2.4. Регистрационный номер CAS отсутствует.
2.5. Физико-химические свойства.

Мирамистин – белый мелкокристаллический порошок, без запаха, температура плавления 177 °С, растворим в воде, этаноле, хлороформе.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Мирамистин обладает специфическим раздражающим действием на кожу и слизистые оболочки.

Второй класс опасности.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) мирамистина в воздухе рабочей зоны 1,0 мг/м^3.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений мирамистина с погрешностью, не превышающей ± 11 %, при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации мирамистина выполняют методом спектрофотометрии.

Метод основан на способности растворов мирамистина в этаноле поглощать свет в ультрафиолетовой области спектра.

Измерение проводят при длине волны 210 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания мирамистина в анализируемом объеме пробы – 12 мкг.

Нижний предел измерения концентрации мирамистина в воздухе 0,5 мг/м^3 (при отборе 24 дм^3 воздуха).

Метод специфичен в условиях приготовления дезинфицирующих средств на основе мирамистина. Измерению не мешают сопутствующие вещества: вода, этанол.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы реактивы

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Спектрофотометр марки СФ-26	
Аспирационное устройство модель 822	ГОСТ 2.6.01—86
Фильтродержатель	ТУ 95-72-05—77

Весы аналитические ВЛР-200	ГОСТ 24104—88Е
Колбы мерные, вместимостью 25 и 100 $см^3$	ГОСТ 1770—74Е
Бюксы, вместимостью 25 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Пипетки, вместимостью 1, 2, 5 и 10 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Пробирки колориметрические с притертыми пробками, вместимостью 5 и 10 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Фильтры АФА-ХА-20	ТУ 95-743—80
Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм	
Стеклянные палочки	ГОСТ 25336—82Е

5.2. Реактивы

Мирамистин с содержанием основного вещества не менее 99,0 %	ФС 42-3498—98
Этиловый спирт (этанол), ректификат, 96 %-й	ГОСТ 8314—77

Допускается применение других средств измерения, 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.

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 84,0—106,0 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* мирамистина с концентрацией 1,2 мг/см^3 готовят растворением 30 мг мирамистина в мерной колбе вместимостью 25 см^3 в этаноле. Раствор устойчив в течение недели.

9.1.2. *Стандартный раствор № 1* с концентрацией мирамистина 120 мкг/см^3 готовят разведением 2,5 см^3 основного стандартного раствора этанолом в мерной колбе вместимостью 25 см^3. Раствор устойчив в течение недели.

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

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении мирамистина

Номер стандарта	Стандартный раствор мирамистина № 1, $см^3$	Этанол, $см^3$	Концентрация мирамистина в градуировочном растворе, мкг/$см^3$	Содержание мирамистина в градуировочном растворе, мкг
1	0	5,0	0	0
2	0,1	4,9	2,4	12
3	0,2	4,8	4,8	24
4	0,3	4,7	7,2	36
5	0,5	4,5	12,0	60
6	1,0	4,0	24,0	120
7	1,5	3,5	36,0	180

Градуировочные растворы устойчивы в течение часа.

Подготовленные градуировочные растворы перемешивают и измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм при длине волны 210 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 вещества в градуировочном растворе (мкг).

Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в три месяца или в случае использования новой партии реактивов.

9.4. Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 2 $дм^3$/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА-20, помещенный в фильтродержатель. Для измерения $^1/_2$ ПДК мирамистина необходимо отобрать 24 $дм^3$ воздуха. Отобранные пробы могут храниться в пробирках с притертыми пробками в течение месяца.

10. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в бюксу и заливают 5 $см^3$ этанола и оставляют на 10—15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения мирамистина.

Степень десорбции мирамистина с фильтра 98 %. Затем фильтр отжимают и удаляют. Оптическую плотность анализируемого раствора пробы измеряют аналогично градуировочным растворам по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробе, используя чистый фильтр.

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

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию мирамистина в воздухе (мг/м^3) вычисляют по формуле.

$$C = \frac{a}{V}, \text{ где}$$

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

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

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа представляют в виде $(C \pm \Delta)$ мг/м^3, $P = 0{,}95$. Значение $\Delta = 0{,}05 + 0{,}11C$ мг/м^3, где Δ – характеристика погрешности.

13. Контроль погрешности методики КХА

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

Таблица 2

Диапазон определяемых концентраций мирамистина, мг/м^3	Наименование метрологической характеристики		
	Характеристика погрешности Δ, мг/м^3 ($P = 0{,}95$)	Норматив оперативного контроля погрешности, K, мг/м^3 ($P = 0{,}90$, $m = 3$)	Норматив оперативного контроля воспроизводимости, D, мг/м^3 ($P = 0{,}95$, $m = 2$)
0,5—7,5	0,05 + 0,11C	0,062 + 0,15C	0,2 + 0,32C

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

13.1. Оперативный контроль погрешности

Оперативный контроль погрешности выполняют 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 прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы – C_1. Вторую часть разбавляют соответствующим растворителем в два раза и снова делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, – C_2. Во вторую часть делают добавку анализируемого компонента (X) до массовой концентрации исходной рабочей пробы (C_1) (общая концентрация не должна превышать верхнюю границу диапазона измерения) и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой – C_3. Результаты анализа исходной рабочей пробы – C_1, разбавленной в два раза, – C_2 и рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой – C_3 получают по возможности в одинаковых условиях, т. е. их получает один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т. д.

Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия:

$$\left| C_3 - C_2 - X \right| + \left| 2C_2 - C_1 \right| \le K, \text{ где}$$

C_1 – результат анализа рабочей пробы;

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

C_3 – результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой анализируемого компонента;

X – величина добавки анализируемого компонента;

K – норматив оперативного контроля погрешности.

$$K = 0{,}062 + 0{,}15C$$

13.2. Оперативный контроль воспроизводимости

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 и анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения анализа, т. е. получают два результата анализа в разных лабораториях или в одной, используя при этом разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов. Два результата анализа не должны отличаться друг от друга на величину допускаемых расхождений между результатами анализа:

$$\left| C_1 - C_2 \right| \leq D, \text{ где}$$

C_1 – результат анализа рабочей пробы;

C_2 – результат анализа этой же пробы, полученный в другой лаборатории или в этой же, но другим аналитиком с использованием другого набора мерной посуды и других партий реактивов;

D – допустимые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы.

$$D = 0{,}2 + 0{,}32C$$

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива D выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 1 ч.

Методические указания разработаны 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:

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