Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Методические указания МУК 4.1.1296—4.1.1309—03

Выпуск 39

Издание официальное

Москва • 2005

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Методические указания
МУК 4.1.1296—4.1.1309—03

Выпуск 39

ББК 51.21
И37
И37 **Измерение** концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний. Вып. 39 —М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2005.—159 с.

ISBN 5—7508—0572—7

1. Разработан сотрудниками Казанского ОАО «Казаньоргсинтез».

2. Подготовлен: Л. Г. Макеева, Г. В. Муравьева, Е. М. Малинина, С. М. Попова, Е. Н. Грицун, Г. Ф. Громова (НИИ медицины труда РАМН), при участии А. И. Кучеренко (Департамент госсанэпиднадзора Минздрава России).

3. Рекомендован к утверждению на совместном заседании группы Главного эксперта Комиссии по проблеме «Лабораторно-инструментальное дело и метрологическое обеспечение» и методбюро п/секции «Промышленно-санитарная химия» Проблемной комиссии «Научные основы медицины труда».

4. Утвержден и введен в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения Российской Федерации 30.03.03.

5. Введен впервые.

ББК 51.21

ISBN 5—7508—0572—7

© Роспотребнадзор, 2005
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2005

Содержание

Газохроматографическое измерение массовых концентраций 2-аминоэтанола (моноэтаноламина) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1296—03 6

Фотометрическое измерение массовых концентраций бензоилхлорида (хлористого бензоила) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1297—03 18

Газохроматографическое измерение массовых концентраций бензола, изопропилбензола, пропан-2-она (ацетона) и этилбензола в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1298—03 28

Газохроматографическое измерение массовых концентраций ацетальдегида, оксирана (оксида этилена) и 1,2-эпоксипропана (оксида пропилена) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1299—03 40

Газохроматографическое измерение массовых концентраций, метанола, н-бутанола и п-ксилола в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1300—03 51

Газохроматографическое измерение массовых концентраций бутан-2-она (метилэтилкетона) и 2-метилпропан-2-ола (трет-бутанола) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1301—03 61

Газохроматографическое измерение массовых концентраций гептана, тетрахлорметана (четыреххлористого углерода) и толуола в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1302—03 71

Фотометрическое измерение массовых концентраций 1,1-диметилэтилпероксобензоата (третбутилпербензоата), бутан-2-он пероксида (пероксида метилэтилкетона), 1-метил-1-фенилэтилгидропероксида (изопропилбензола гидропероксида), пероксида водорода, трет-бутилгидропероксида в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1303—03 82

Газохроматографическое измерение массовых концентраций 3а,4,7,7а-тетрагидро-4,7-метано-1Н-индена (дициклопентадиена) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1304—03 95

Газохроматографическое измерение массовых концентраций тетрагидрофурана в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1305—03 104

Газохроматографическое измерение массовых концентраций углеводородов: метана, этана, этилена, пропана, пропилена, н-бутана, α-бутилена, изопентана в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1306—03 113

Газохроматографическое измерение массовых концентраций уксусной кислоты этилового эфира (этилацетата), этенилацетата (винилацетата) и этанола в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1307—03 127

Фотометрическое измерение массовых концентраций фосфора трихлорида (треххлористого фосфора) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1308—03 138

Газохроматографическое измерение массовых концентраций этан-1,2-диола (моноэтиленгликоля) в воздухе рабочей зоны: МУК 4.1.1309—03 148

Указатель основных синонимов 158

Введение

Сборник методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (Вып. 39) разработаны с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и являются обязательными при осуществлении санитарного контроля.

Включенные в данный сборник 14 методик контроля 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» и ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений».

Методики выполнены с использованием современных методов исследования и дают возможность контролировать концентрации химических веществ на уровне и ниже их ПДК в воздухе рабочей зоны, установленных ГН 2.2.5.686—98 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны».

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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое измерение массовых концентраций тетрагидрофурана в воздухе рабочей зоны

Методические указания
МУК 4.1.1305—03

1. Область применения

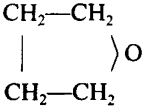
Настоящие методические указания устанавливают количественный анализ воздуха рабочей зоны на содержание тетрагидрофурана газохроматографическим методом в диапазоне массовых концентраций от 4 до 200 мг/м^3.

Метод специфичен в производстве полиэтилена низкого давления.

Определению не мешают циклопентадиен и толуол.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула:



2.2. Эмпирическая формула: C_4H_8O.

2.3. Молекулярная масса 72,10.

2.4. Регистрационный номер по CAS 109-99-9.

2.5. Физико-химические свойства. Тетрагидрофуран – бесцветная жидкость с запахом этилового эфира, температура кипения 64—66 °С, плотность $d^{20}_4 = 0{,}888$. Растворяется в воде в любых соотношениях.

Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.6. Токсикологическая характеристика. Наркотик, раздражающий слизистые оболочки и вызывающий воспаление почек и поражение печени.

Класс опасности – четвертый.

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны – 100 мг/м^3.

3. Погрешность измерений

Настоящая методика обеспечивает выполнение измерений массовых концентраций тетрагидрофурана с погрешностью, не превышающей ± 13 % при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации тетрагидрофурана в воздухе выполняют газохроматографическим методом с использованием пламенно-ионизационного детектора.

Нижний предел измерения содержания тетрагидрофурана в хроматографируемом объеме – 0,004 мкг.

Нижний предел измерения концентраций тетрагидрофурана в воздухе 4 мг/м^3.

Отбор проб воздуха без концентрирования.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

5.1. Средства измерений и вспомогательные устройства.

5.1.1. Хроматограф лабораторный «Цвет-100», «Кристалл-2000» или любого типа, укомплектованный:	
• пламенно-ионизационным детектором;	
• стальной насадочной колонкой длиной 300 см, внутренним диаметром 0,3 см	
5.1.2. Весы лабораторные общего назначения 2 класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г	ГОСТ 24104
5.1.3. Гири общего назначения 2 класса точности, Г-2-210	ГОСТ 7328
5.1.4. Лупа измерительная 10х	ГОСТ 8309
5.1.5. Линейка измерительная	ГОСТ 427
5.1.6. Секундомер	ТУ 25—1819.0021—90

5.1.7. Сушильный электрошкаф лабораторный, пределы регулирования температуры от 50 до 400 °С, точность регулирования ± 2 °С	
5.1.8. Шприц цельностеклянный, вместимостью 100 см^3	ТУ 64—1—1279—75
5.1.9. Комплект поверочных газовых смесей, содержащих тетрагидрофуран от 4 до 200 мг/м^3 в азоте, ВНИИУС, г. Казань	ТУ 6—16—2956—92
5.1.10. Электроплитка для водяной бани	ГОСТ 14919
5.1.11. Стакан В-1-50 или 100	ГОСТ 25336
5.1.12. Чашка выпарительная фарфоровая 4 или 5	ГОСТ 9147
5.1.13. Цилиндр мерный 1-50-2 или 1-100-2	ГОСТ 1770

Допускается применение других средств измерения, устройств и мерной посуды, метрологические и технические характеристики которых не хуже указанных.

5.2. Материалы и реактивы

5.2.1. Хроматон N-AW, размер зерен (0,25—0,315) мм	
5.2.2. Трикрезилфосфат	ТУ 6—09—13—482
5.2.3. Азот газообразный	ГОСТ 9293
5.2.4. Водород	ГОСТ 3022
5.2.5. Воздух сжатый для питания КИП	ГОСТ 11882
5.2.6. Хлороформ, хч	ГОСТ 20015
5.2.7. Стекловолокно	ГОСТ 10146

Допускается использование реактивов квалификации осч, чда, хч.

6. Требования безопасности

6.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами, согласно ГОСТ 12.1.007—76.

6.2. При выполнении измерений с использованием хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцию по эксплуатации прибора.

6.3. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 150 кгс/см^2 необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением».

6.4. Организацию обучения безопасности труда работающих проводят, согласно ГОСТ 12.0.004—76.

6.5. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности согласно ГОСТ 12.1.004—91 и иметь средства пожаротушения, согласно ГОСТ 12.4.009—83.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим и среднеспециальным образованием, имеющих навыки работы на хроматографе.

8. Условия проведения измерений

8.1. При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

- температура воздуха (15—25) °С;
- атмосферное давление (97,3—104,0) кПа [(730—780) мм рт. ст.];
- напряжение в сети (220 ±10) В;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц;
- влажность воздуха не более 80 % при температуре 25 °С;
- отсутствие веществ, вызывающих коррозию прибора.

8.2. Условия выполнения хроматографического анализа:

- температура термостата колонки (60 ± 5) °С;
- температура испарителя (120 ± 5) °С;
- расход газа-носителя – азота (2,0 ± 0,2) дм^3/ч;
- расход водорода (2,0 ± 0,2) дм^3/ч;
- расход воздуха (20 ± 1) дм^3/ч;
- объем вводимой пробы 1 см^3;
- скорость движения диаграммной ленты 240 мм/ч.

8.3. Время удерживания тетрагидрофурана 7 мин 12 с.

9. Подготовка к выполнению измерений

9.1. Подготовка прибора

Подготовку хроматографа к работе проводят в соответствии с руководством по эксплуатации.

9.2. Подготовка колонки

Новую колонку прокаливают при температуре (300—400) °С в течение (1—2) ч и промывают последовательно содовым раствором, водой,

органическими растворителями – бензолом или толуолом, затем ацетоном и продувают азотом или воздухом.

9.3. Приготовление сорбента

Во взвешенный с точностью до второго десятичного знака стеклянный стакан насыпают 30 $см^3$ хроматона N-AW и взвешивают с той же точностью. В таком же стаканчике взвешивают трикрезилфосфат с точностью до четвертого десятичного знака в количестве 15 % от массы взятого носителя – хроматона N-AW. Растворяют навеску трикрезилфосфата в 90 $см^3$ хлороформа. Раствор сливают в выпарительную чашку и туда высыпают навеску хроматона N-AW. Испаряют растворитель на водяной бане при температуре (65—75) °С, постоянно осторожно перемешивая. Досушивают сорбент в сушильном шкафу при температуре (100—110) °С.

9.4. Чистую колонку заполняют приготовленным сорбентом, слой насадки на входе и выходе из колонки укрепляют тампонами из стекловолокна, устанавливают колонку в термостат и, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем, постепенно повышая температуру колонки на 50 °С через каждые 15 мин до 200 °С, при которой выдерживают ее в течение (8—10) ч. Расход азота при этом 2 $дм^3$/ч.

9.5. Отбор проб воздуха

Исследуемый воздух отбирают в цельностеклянные шприцы на 100 $м^3$, предварительно прокачав их анализируемым воздухом (7—10) раз. В одной точке должно быть последовательно отобрано не менее трех проб. Отобранные пробы воздуха сохраняются в герметично закрытых шприцах 6 ч.

9.6. Установление градуировочной характеристики

Массовую концентрацию тетрагидрофурана в воздухе измеряют методом абсолютной градуировки по площадям пиков.

9.6.1. Градуировочный коэффициент тетрагидрофурана определяют по поверочным газовым смесям, в соответствии с диапазоном измерения:

$$K = C / S \ (мг/м^3)/мм^2, \text{ где}$$

C – массовая концентрация тетрагидрофурана в поверочной газовой смеси, $мг/м^3$;

S – площадь пика тетрагидрофурана, $мм^2$.

Таблица 1

Шкала поверочных газовых смесей

№ № п/п	Концентрация тетрагидрофурана в поверочной газовой смеси, мг/м^3	Содержание тетрагидрофурана в хроматографируемом объеме, мкг
1	4	0,004
2	8	0,008
3	20	0,020
4	45	0,045
5	90	0,090
6	200	0,200

Для установления градуировочной характеристики проводят не менее пяти параллельных измерений для каждой концентрации, согласно табл. 1.

Проверку градуировочного коэффициента проводят не реже одного раза в квартал и при изменении условий анализа.

10. Выполнение измерений

Пробы воздуха после отбора выдерживают при комнатной температуре (20—30) мин. Ввод пробы воздуха в хроматографическую колонку осуществляют с помощью газового крана-дозатора. Дозирующий объем крана-дозатора продувают не менее чем десятикратным объёмом исследуемого воздуха.

Количественное содержание тетрагидрофурана определяют, используя предварительно установленную градуировочную характеристику.

11. Обработка и оформление результатов измерений

11.1. Время удерживания тетрагидрофурана: 7 мин 12 с.

11.2. Площадь хроматографического пика определяют как произведение высоты на ширину пика на середине его высоты. Высоту пика измеряют линейкой (цена деления 1 мм), ширину – лупой (цена деления 0,1 мм). При расчете площади учитывают множитель шкалы, на которой записан пик.

При наличии автоматизированных средств измерений обработку хроматограмм ведут по соответствующей компьютерной программе.

11.3. Массовую концентрацию тетрагидрофурана в воздухе рабочей зоны рассчитывают по формуле:

$$C = K \cdot S \text{, мг/м}^3\text{, где}$$

K – градуировочный коэффициент тетрагидрофурана, (мг/м^3)/ мм^2;

S – площадь пика тетрагидрофурана, мм^2.

Результат количественного анализа представляют в виде:

$$C \pm \Delta \text{, мг/м}^3\text{, P = 0,95, где}$$

$$\Delta = 0{,}027 \pm 0{,}12\ C(\text{мг/м}^3)$$

12. Контроль погрешности методики

Характеристика погрешности, нормативы оперативного контроля показателей качества результатов измерения тетрагидрофурана в воздухе рабочей зоны в диапазоне концентраций 4—200 мг/м^3.

Таблица 2

Погрешность КХА, Δ, мг/м^3, (P = 0,95)	Норматив оперативного контроля сходимости d, мг/м^3, (P = 0,95; n = 2)	Норматив оперативного контроля вопроизводимости D, мг/м^3, (P=0,95; m=2)	Норматив оперативного контроля точности, К, мг/м^3 (P = 0,95)
0,027 + 0,12C	0,12 + 0,069C	0,086 + 0,067C	0,027 + 0,12C

Метрологические характеристики приведены в виде зависимости от значения массовой концентрации тетрагидрофурана в образце для контроля C (среднее арифметическое значение результатов параллельных определений).

12.1. Оперативный контроль сходимости

Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха или поверочные газовые смеси. Пробы анализируют в точном соответствии с прописью методических указаний, получая по два результата параллельных определений для каждой пробы, которые не должны отличаться друг от друга на величину допускаемых расхождений между результатами параллельных определений (норматива оперативного контроля сходимости).

$$|C_1 - C_2| < d \text{, где}$$

C_1, C_2 – результаты параллельных определений массовой концентрации тетрагидрофурана в анализируемой пробе мг/м^3;

d – норматив оперативного контроля сходимости (допускаемые расхождения между результатами параллельных определений одной и

той же пробы). Значения норматива оперативного контроля сходимости (d) вычисляют, подставляя значения C в выражение:

$$d = 0{,}12 + 0{,}069C \; (\text{P} = 0{,}95 \; \text{n} = 2)$$

При превышении норматива оперативного контроля сходимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива (d) выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

12.2. Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха или поверочные газовые смеси. Пробы анализируют в точном соответствии с прописью методических указаний, максимально варьируя условия проведения анализа в разных лабораториях или в одной лаборатории, но сделанные двумя лаборантами, или в разное время. Два результата анализа не должны отличаться друг от друга на величину допускаемых расхождений между результатами анализа, полученными в указанных условиях (норматива оперативного контроля воспроизводимости).

$$|C_1 - C_2| \le D, \text{ где}$$

$$C_1 = (C_{11} + C_{12}) / 2 \text{ и } C_2 = (C_{21} + C_{22}) / 2$$

C_{11}, C_{12}, C_{21}, C_{22} – параллельные результаты, получаемые первым и вторым лаборантами соответственно (или одним лаборантом, но в разное время).

D – норматив оперативного контроля воспроизводимости (допускаемые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы). Значение норматива оперативного контроля воспроизводимости (D) вычисляют, подставляя значение С в выражение :

$$D = 0{,}086 + 0{,}067C \; (\text{P} = 0{,}95; \; \text{m} = 2)$$

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

12.3. Оперативный контроль точности

Образцами для оперативного контроля точности результатов анализа являются поверочные газовые смеси. Образцы анализируют в точном соответствии с прописью методических указаний.

Полученный результат определения массовой концентрации тетрагидрофурана в образце для контроля (C) не должен отличаться от содержания тетрагидрофурана в газовоздушной смеси (C_0) на величину норматива оперативного контроля точности K, т. е.

$$|C_0 - C| \le K$$

Значения К вычисляют, подставляя значение С в выражение :

$$K = 0{,}027 + 0{,}12\ C\ (\text{P} = 0{,}95)$$

Если выполняется вышеуказанное соотношение, то точность результатов измерений признают удовлетворительной. При превышении норматива оперативного контроля точности эксперимент повторяют. При повторном превышении норматива K выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

Периодичность оперативного контроля не реже одного раза в квартал.

13. Норма затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 3 проб требуется 3 ч.

Методические указания разработаны: Елизаровой А. Д., Устиновой Н. М. (ЦЛО ОАО «Казаньоргсинтез»).

Указатель основных синонимов

1. Ацетон 28
2. Винилацетат 127
3. Гидропероксид третичного бутила 82
4. Дициклопентадиен....95
5. Изопропилбензола гидропероксид....82
6. Метилэтилкетон....61
7. Моноэтаноламин....6
8. Моноэтиленгликоль 148
9. Оксид пропилена 40
10. Оксид этилена....40
11.Пероксид метилэтилкетона....82
12. Трет-бутанол....61
13. Третбутилпербензоат 82
14. Треххлористый фосфор 138
15. Хлористый бензоил....18
16. Четыреххлористый углерод....71
17. Этилацетат 127

Измерение концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний МУК 4.1.1296—1309—03

Выпуск 39

Редакторы Глазкова М. Ф., Кожока Н. В., Максакова Е. И.
Технический редактор Климова Г. И.

Подписано в печать 26.07.05

Формат 60x88/16 Печ. л. 10,0

Тираж 500 экз. Заказ 6264

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

Оригинал-макет подготовлен к печати отделением издания и редакции ЗНиСО
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребназдора
113105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение снабжения и сбыта, тел. 952-50-89

Отпечатано в филиале Государственного ордена
Октябрьской революции, ордена Трудового Красного Знамени
Московского предприятия «Первая Образцовая типография»
Федерального агентства по печати и массовых коммуникаций
115114, Москва, Шлюзовая наб., 10. Тел. 235-20-30

gost.e-ecolog.ru