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 3а,4,7,7а-тетрагидро-4,7-метано-1Н-индена (дициклопентадиена) в воздухе рабочей зоны

Методические указания МУК 4.1.1304—03

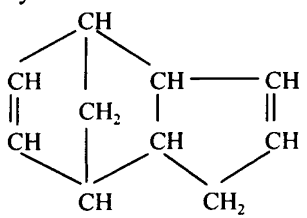
1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный анализ воздуха рабочей зоны на содержание дициклопентадиена (ДЦПД) газохроматографическим методом в диапазоне массовых концентраций от 0,3 до 10,0 мг/м^3.

Метод специфичен в производстве полиэтилена низкого давления. Определению не мешает циклопентадиен.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула:



2.2. Эмпирическая формула: $C_{10}H_{12}$.

2.3. Молекулярная масса: 132,20.

2.4. Регистрационный номер по CAS 77-73-6.

2.5. Физико-химические свойства. Дициклопентадиен – бесцветные кристаллы с резким запахом, температура плавления – 32,5 °С, температура кипения – 172,8 °С (с разложением), плотность $d_4^{32,6}$ = 0,9773, растворим в органических растворителях, растворимость в воде 2,5 %. Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.6. Токсикологическая характеристика. Раздражает слизистые оболочки глаз, действует на центральную нервную систему, возбуждая ее, проникает через кожу.

Класс опасности – второй.

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны – 1 мг/м^3.

3. Погрешность измерений

Настоящие методические указания обеспечивают получение результатов количественного анализа проб с погрешностью не более ± 18 % при доверительной вероятности 0,95.

4. Методы измерений

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

Отбор проб воздуха без концентрирования.

Нижний предел измерения дициклопентадиена в хроматографируемом объеме – 0,0006 мкг.

Нижний предел измерения концентрации дициклопентадиена в воздухе – 0,3 мг/м^3.

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. Мыльно-пенный измеритель расхода газов	ГОСТ 29251
5.1.9. Шприц цельностеклянный, вместимостью 100 $см^3$	ТУ 64-1-1279—75
5.1.10. Цилиндр мерный 1-50-2	ГОСТ 1770
5.1.11. Комплект поверочных газовых смесей, содержащих дициклопентадиен от 0,3 до 10 $мг/м^3$ в азоте, ВНИИУС, г. Казань	ТУ 6-16-2956—92

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

5.2. Материалы и реактивы

5.2.1. Хроматон N-супер (0,125—0,160) мм + 3 % OV-225, промышленного изготовления	
5.2.2. Азот газообразный	ГОСТ 9293
5.2.3. Водород	ГОСТ 3022
5.2.4. Воздух сжатый для питания КИП	ГОСТ 11882
5.2.5. 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;
- влажность воздуха не более 80 % при температуре 25 °С.

8.2. Условия выполнения хроматографического анализа:

- температура термостата колонки (100 ± 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 воздуха 2 см^3;
- скорость движения диаграммной ленты 240 мм/ч.

8.3. Время удерживания дициклопентадиена: 3 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.

Отмеряют цилиндром 25 $см^3$ сорбента промышленного изготовления (хроматона N-супер + 3 % OV-225) и заполняют им чистую колонку. Слой насадки укрепляют на выходах колонки тампонами из стекловолокна. Устанавливают колонку в термостат и, не присоединяя к детектору, продувают газом-носителем-азотом, постепенно повышая температуру колонки на 50 °С через каждые 15 мин до 200 °С, при которой выдерживают ее в течение 8—10 ч, расход газа-носителя 2 $дм^3$/ч.

9.3. Отбор проб воздуха

Исследуемый воздух отбирают в цельностеклянные шприцы на 100 $см^3$, 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 4 ч.

9.4. Установление градуировочной характеристики

Массовую концентрацию дициклопентадиена в воздухе определяют методом абсолютной градуировки по площадям пиков.

9.4.1. Градуировочный коэффициент дициклопентадиена определяют по поверочным газовым смесям, в соответствии с диапазоном измерения, по формуле:

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

C – содержание дициклопентадиена в поверочной газовой смеси, $мг/м^3$;

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

Таблица 1

Шкала поверочных газовых смесей

№№ п/п	Концентрация ДЦПД в поверочной газовой смеси, мг/м^3	Содержание ДЦПД в хроматографируемом объеме, мкг
1	0,3	0,0006
2	0,9	0,0018
3	2,2	0,0044
4	3,6	0,0072
5	5,0	0,0100
6	10,0	0,0200

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

Проверку градуировочных коэффициентов 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 в хроматографическую колонку осуществляют с помощью газового крана-дозатора, дозирующий объем которого продувают не менее, чем десятикратным объемом исследуемого воздуха.

Количественное содержание дициклопентадиена определяют, используя предварительно установленную градуировочную характеристику.

11. Обработка и оформление результатов измерений

11.1. Время удерживания дициклопентадиена 3 мин 12 с.

11.2. Площадь хроматографического пика определяют как произведение высоты пика на его ширину на середине высоты с учетом множителя шкалы, на которой фиксируется этот пик. Высоту измеряют линейкой, цена деления – 1 мм, ширину – лупой, цена деления – 0,1 мм.

При наличии средств автоматизированной обработки хроматограмм, обсчет ведут по соответствующей компьютерной программе.

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

$C = K \cdot S$, мг/м^3, где

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

S – площадь пика дициклопентадиена, мм^2.

11.4. Оформление результатов измерения

Результат количественного анализа представляют в виде :

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

$\Delta = 0,01 + 0,14C$.

12. Контроль погрешности методики

Характеристика погрешности, нормативы оперативного контроля показателей качества результатов КХА воздуха рабочей зоны на содержание дициклопентадиена в интервале концентраций 0,3—10 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 воспроизводимости, D, мг/м^3 ($P = 0,95$ $m = 2$)	Норматив оперативного контроля точности, K, мг/м^3 ($P = 0,95$)
$0,01 + 0,14C$	$0,018 + 0,11C$	$0,02 + 0,12C$	$0,01 + 0,14C$

Метрологические характеристики приведены в виде зависимости от значения массовой концентрации анализируемого компонента в пробе – C (среднее арифметическое результатов параллельных определений).

12.1. Оперативный контроль сходимости

Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха или поверочные газовые смеси. Пробу 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).

$|C_1 - C_2| \le d$, где

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

d – норматив оперативного контроля сходимости (допускаемые расхождения между параллельными определениями одной и той же пробы). Значения норматива оперативного контроля сходимости (d) вычисляют, подставляя значения C в соответствующее выражение табл. 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. Пробу анализируют в точном соответствии с прописью методических указаний, максимально варьируя условия проведения анализа в разных лабораториях или в одной лаборатории, но сделанные двумя аналитиками 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):

$$|C_1 - C_2| \le D, \text{ где}$$

$C_1 = (C_{11} + C_{12}) / 2$ и

$C_2 = (C_{21} + C_{22}) / 2$

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

D – норматив оперативного контроля воспроизводимости (допускаемые расхождения между результатами анализа C_1 и C_2 одной и той же пробы).

Значения норматива оперативного контроля воспроизводимости (D) вычисляют, подставляя значение C в соответствующее выражение табл. 2.

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении норматива D 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 дициклопентадиена в образце для контроля (C) не должен отличаться от содержания дициклопентадиена в газо-воздушной смеси (C_0) на величину норматива оперативного контроля точности K, т. е.

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

Значения K вычисляют, подставляя значение C в соответствующее выражение табл. 2.

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 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