Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний МУК 4.1.2975—4.1.2981—12

Выпуск 53

Издание официальное

Москва • 2012

gost.e-ecolog.ru

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 4.1.2975—4.1.2981—12

Выпуск 53

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Сборник методических указаний.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2012.—88 с.

ISBN 978—5—7508—1107—6

1. Методические указания разработаны Учреждением Российской академии медицинских наук «Научно-исследовательский институт медицины труда» РАМН (Л. Г. Макеева – руководитель, Н. С. Горячев, Е. М. Малинина, Е. Н. Грицун, Н. Л. Полуэктова).

2. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 21 февраля 2012 г.

3. Введены в действие с 21 февраля 2012 г.

4. Введены впервые.

ББК 51.21

Редактор Л. С. Кучурова
Технический редактор Е. В. Ломанова

Подписано в печать 2.10.12

Формат 60x88/16 Печ. л. 5,5

Тираж 200 экз. Заказ 54

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 и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2012
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2012

Содержание

Введение 4
Измерение массовой концентрации [2-(акрилоилокси)этил]триметиламмония хлорида в воздухе рабочей зоны турбидиметрическим методом: МУК 4.1.2975—12 5
Измерение массовой концентрации 2,7-бис-[2-(диэтиламино)этокси]-9Н-флуорен-9-она дигидрохлорида (амиксин, тилорон, тилаксин) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2976—12 16
Измерение массовых концентраций бутан-1-ола (бутанола), бутилпроп-2-еноата (бутилакрилата), метанола, метилпроп-2-еноата (метилакрилата), проп-2-ен-1-аля (акролеина), проп-2-еновой (акриловой) кислоты и этилпроп-2-еноата (этилакрилата) в воздухе рабочей зоны газохроматографическим методом: МУК 4.1.2977—12 27
Измерение массовой концентрации 1,4-диазабицикло [2,2,2] октана (триэтилендиамина) в воздухе рабочей зоны методом фотометрии: МУК 4.1.2978—12 43
Измерение массовой концентрации (Е)-N-(6,6-диметил-2-гептен-4-инил)-N-метил-1-нафталенметанамина гидрохлорида (тербинафина гидрохлорид, тербинафин, микотербин, ламизил) в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии): МУК 4.1.2979—12 55
Измерение массовой концентрации магния дигидроксида в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2980—12 65
Измерение массовой концентрации пустырника экстракта сухого в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии: МУК 4.1.2981—12 77
Приложение 1. Приведение объёма воздуха к стандартным условиям 86
Приложение 2. Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям 87
Приложение 3. Указатель основных синонимов, технических, торговых и фирменных названий веществ 88

Введение

Сборник методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (выпуск 53) 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 надзора (контроля).

Включенные в данный сборник методические указания по контролю вредных веществ в воздухе рабочей зоны разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.016—79 «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ» (с изм. 1), ГОСТ 12.1.005—88 ССБТ «Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» с изм. 1, ГОСТ Р 8.563—09 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений», ГОСТ Р ИСО 5725—2002 «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 2.2.5.2308—07 «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 лабораторий центров гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов и других заинтересованных организаций.

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
21 февраля 2012 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовой концентрации магния дигидроксида в воздухе рабочей зоны методом спектрофотометрии*

Методические указания
МУК 4.1.2980—12

1. Общие положения

Настоящий документ устанавливает методику количественного химического анализа магния дигидроксида в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом в диапазоне массовой концентрации от 1 до 10 мг/м^3. Погрешности измерений соответствуют характеристикам, приведенным в табл. 1.

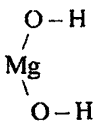
Методика аттестована в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563—09, ГОСТ Р ИСО 5725—02. Свидетельство о государственной метрологической аттестации выдано ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологической службы» Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии (№ 01.00225/69—10 от 12 ноября 2010 г.).

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула.

---

* Разработаны на основании «Методических указаний по раздельному фотометрическому измерению концентраций магния, алюминия и их окислов» за № 3110—84 от 26 октября 1984 г., утвержденных зам. главного государственного санитарного врача СССР А. И. Заиченко.



2.2. Эмпирическая формула MgO_2H_2.

2.3. Молекулярная масса 58,32.

2.4. Регистрационный номер CAS 10309-42-8.

2.5. Физико-химические свойства.

Дигидроксид магния – бесцветные кристаллы, без запаха, плотность 2,4 г/см^3, растворимость в воде 0,0012 г/100 см^3, температура разложения 350 °С, при температуре > 350 °С разлагается на оксид магния и воду, легко растворим в серной, соляной, азотной кислоте.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Дигидроксид магния обладает общетоксическим действием.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) дигидроксида магния в воздухе рабочей зоны 2,0 мг/м^3.

3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

При соблюдении всех регламентных условий и проведении анализа в точном соответствии с прописью методика обеспечивает выполнение измерений массовых концентраций дигидроксида магния с метрологическими характеристиками, не превышающими значений, представленных в табл. 1 (при доверительной вероятности $P = 0,95$).

Таблица 1

Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Диапазон измерений массовой концентрации дигидроксида магния, мг/м^3	Показатель точности (границы относительной погрешности) $\pm\delta$, % при $P = 0.95$	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, %, $P = 0,95$, $n = 2$	Критическая разность для результатов анализа, полученных в двух лабораториях, $CD_{0,95}$, ($n_1 = n_2 = 2$)
От 1 до 5 вкл.	20	5	8	14	20
Св. 5 до 10 вкл.	15	3	5	8	13

4. Метод измерений

Измерение массовых концентраций дигидроксида магния выполняют методом спектрофотометрии.

Метод определения основан на реакции взаимодействия ионов магния с арсеназо-1 с образованием окрашенного в красно-фиолетовый цвет комплекса.

Измерения проводят при длине волны 590 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр АФА-ХП-20.

Нижний предел измерения содержания ионов магния в анализируемом объеме раствора пробы – 1 мкг.

Нижний предел измерения содержания дигидроксида магния в анализируемом объеме раствора пробы – 2,4 мкг.

Нижний предел измерений массовой концентрации дигидроксида магния в воздухе – 1,0 мг/м^3 (при отборе 30 дм^3 воздуха).

Измерениям не мешает присутствие алюминия (III), железа (III), меди (II), вольфрама (VI) при массовых концентрациях до 500 мг/м^3. Мешающие компоненты: кальций (II) и марганец (II), а также магния оксид, магния дихлорид гексагидрат при массовых концентрациях от 1 мг/м^3. Метод специфичен в условиях производства дигидроксида магния.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Спектрофотометр марки СФ-2000, пределы допускаемого значения абсолютной погрешности (± 1) %, рабочий диапазон длин волн 190—1 100 нм	ГОСТ 15150—79, Госреестр СИ № 18212—00
Аспирационное устройство ПУ-4Э	ТУ 4215-000-11696625—2003, Госреестр СИ № 14531—03
Весы аналитические лабораторные электронные BP 221S специального класса точности; предел взвешивания от 0,0001 до 220 г	ГОСТ 24104—2001, Госреестр СИ № 4233—92
Набор гирь Г-2-210,	ГОСТ 7328—2001
pH-метр Мультитест ИПЛ-301	Госреестр СИ № 21545—01
Государственный стандартный образец состава водного раствора ионов магния с массовой концентрацией ионов магния 1 мг/см^3	ГСО 7681—99

Колбы мерные, 2-25-2, 2-100-2, 2-1 000-2	ГОСТ 1770—74
Пипетки градуированные 1-2-2-1, 1-2-2-2, 1-2-2-5, 1-2-2-10	ГОСТ 29227—91
Пробирки мерные с пришлифованными пробками П-2-10-0,1ХС	ГОСТ 1770—74
Кюветы кварцевые с толщиной оптического слоя 10 мм	
Фильтродержатель	ТУ 95-72-05—77
Стаканчики СВ $^{19}/_{9}$ (бюкс)	ГОСТ 25336—82
Стеклянные палочки	ГОСТ 25336—82
Пинцет медицинский	ГОСТ 21241—77
Печь муфельная, МИМП-УЭ	ТУ 3442.002.2466585—01
Тигли фарфоровые	ГОСТ 9147—80
Щипцы тигельные	ГОСТ 9147—80
Колбы, вместимостью 100, 1 000 $см^3$	ГОСТ 1770—74
Цилиндр мерный, 3-25	ГОСТ 1770—74

5.2. Реактивы

Аммиак водный, 25 %	ГОСТ 3760—79
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Арсеназо-1, квалификации чда	ТУ 6-09-4729—79
Спирт этиловый 96 %-й	ГОСТ Р 51723—2001
Калий пиросерно-кислый (пиросульфат), квалификации ч	ГОСТ 7172—76
Триэтаноламин, квалификации ч	ТУ 6-09-2448—72
Уксусная кислота ледяная, квалификации хч	ГОСТ 61-65
Фильтры АФА-ХП-20	ТУ 95-1892—89
Фильтры обеззоленные «белая лента»	ТУ 6-09-1678—77

Примечание. Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже приведенных в разделе 5.

6. Требования безопасности

6.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12.1.007—76, 12.1.005—88.

6.2. При проведении анализов горючих и вредных веществ соблюдают требования противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91. Должны быть в наличии средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90. Необходимо провести обучение работающих правилам безопасности труда согласно ГОСТ 12.4.009—90.

6.3. При выполнении измерений с использованием спектрофотометра соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—09 и инструкцией по эксплуатации прибора.

6.4. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать ПДК (ОБУВ), установленных ГН 2.2.5.1313—03 и 2.2.5.2308—07.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица, имеющие высшее или специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедшие обучение и владеющие техникой спектрофотометрического анализа, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при проведении процедур контроля погрешности анализа.

8. Условия измерений

8.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят при следующих условиях: 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: подготовку посуды, приготовление растворов, подготовку спектрофотометра, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Подготовка посуды

Стеклянную посуду несколько раз промывают водопроводной водой, обрабатывают хромовой смесью и выдерживают 1 ч. После этого посуду извлекают из хромовой смеси, ополаскивают несколько раз водопроводной водой, затем дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу. Чистую посуду хранят в закрытом виде.

9.2. Приготовление растворов

9.2.1. Основной стандартный раствор № 1 с массовой концентрацией ионов магния 500 мкг/см^3 готовят разбавлением ГСО состава водного раствора ионов магния с массовой концентрацией ионов магния 1,0 мг/см^3 дистиллированной водой.

Для этого 12,5 см^3 ГСО количественно переносят пипеткой вместимостью 10 см^3 в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и доводят объем раствора в колбе до метки. Раствор используют в день анализа.

9.2.2. Стандартный раствор № 2 с массовой концентрацией ионов магния 100 мкг/см^3 готовят разбавлением **стандартного** раствора № 1 с массовой концентрацией ионов магния 500 мкг/см^3 дистиллированной водой.

Для этого 5,0 см^3 **стандартного** раствора № 1 с массовой концентрацией ионов магния 500 мкг/см^3 количественно переносят пипеткой вместимостью 5 см^3 в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой. Раствор используют в день анализа.

9.2.3. Стандартный раствор № 3 с массовой концентрацией ионов магния 50 мкг/см^3 готовят разбавлением **стандартного** раствора № 1 с массовой концентрацией ионов магния 500 мкг/см^3 дистиллированной водой.

Для этого 2,5 см^3 **стандартного** раствора № 1 с массовой концентрацией ионов магния 500 мкг/см^3 количественно переносят пипеткой вместимостью 5 см^3 в мерную колбу вместимостью 25 см^3 и доводят объем раствора в колбе до метки. Раствор используют в день анализа.

9.2.4. Арсеназо-I 0,06 %-й раствор: (0,06 ± 0,001) г арсеназо-I (очищенного путем перекристаллизации из смеси этилового спирта с водой в соотношении 1 : 1 с последующим промыванием полученного осадка этиловым спиртом и высушиванием его при комнатной температуре) растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3 и доводят объем раствора до метки.

Срок хранения раствора – 1 неделя.

9.2.5. Аммиак водный 0,2 М раствор: 15,1 см^3 25 %-го раствора аммиака вносят в мерную колбу вместимостью 1 000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Раствор используют в день проведения анализа.

9.2.6. Уксусная кислота ледяная 0,2 М раствор: 11,62 см^3 ледяной уксусной кислоты вносят в мерную колбу вместимостью 1 000 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Срок хранения раствора – 1 неделя.

9.2.7. Аммиачно-ацетатный буферный раствор (pH 10,4—11,0): 24 см^3 раствора уксусной кислоты с молярной концентрацией 0,2 моль/дм^3 (отмеривают мерным цилиндром вместимостью 25 см^3) вносят в мерную колбу вместимостью 1 000 см^3 и доводят объем до метки раствором аммиака с молярной концентрацией 0,2 моль/дм^3 (pH полученного раствора измеряют с помощью pH-метра).

Раствор устойчив в течение месяца.

9.2.8. Триэтаноламин 5 %-й раствор (по объему): 5,0 см^3 триэтаноламина вносят в колбу вместимостью 100 см^3 и добавляют 95,0 см^3 дистиллированной воды.

Срок хранения раствора – 1 неделя.

9.3. Подготовка прибора

Подготовку спектрофотометра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.4. Установление градуировочной характеристики

Для получения исходных данных, на основании которых устанавливают градуировочную характеристику, на фильтры АФА-ХП-20, помещенные в тигли, наносят несколько капель этанола, затем осторожно по каплям по всей поверхности фильтра соответствующие стандартные растворы пипеткой вместимостью 1 см^3 согласно табл. 2.

Таблица 2

Содержание магния, нанесенного на фильтры АФА-ХП-20

Порядковый номер	1	2	3	4	5	6	7
Объем стандартного раствора № 3 с массовой концентрацией ионов магния 50 мкг/см^3, нанесенный на фильтр, см^3	0	0,25	0,5	0,6	–	–	–
Объем стандартного раствора № 2 с массовой концентрацией ионов магния 100 мкг/см^3, нанесенный на фильтр, см^3	–	–	–		0,5	0,75	
Объем стандартного раствора № 2 с массовой концентрацией ионов магния 500 мкг/см^3, нанесенный на фильтр, см^3							0,25
Содержание магния, нанесенного на фильтр, мкг	0	12,5	25,0	30,0	50,0	75,0	125,0

После нанесения стандартных растворов магния на фильтры их подсушивают на воздухе при комнатной температуре.

Затем тигли с фильтрами ставят в холодную муфельную печь и осторожно, постепенно повышая температуру в печи до 500 °С, избегая воспламенения, фильтры озоляют в течение 30 мин в муфельной печи при температуре 500 °С. После охлаждения в тигли вносят по 0,5 г пиросульфата калия, хорошо перемешивают и сплавляют, постепенно по-

вышая температуру до 600 °С. При температуре (600 ± 10) °С тигли выдерживают 30 мин, затем охлаждают. Каждый плав растворяют в 10 см^3 горячей дистиллированной воды, фильтруют через бумажный фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Каждый фильтр промывают горячей дистиллированной водой и после охлаждения доводят объем раствора в мерной колбе до метки промывным раствором. Аналогично обрабатывается чистый фильтр АФА-ХП-20.

Полученные растворы с концентрациями 0,5, 0,8, 1,0, 2,0, 3,0 и 5,0 мкг/см^3 являются градуировочными и используются для установления градуировочной характеристики.

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности раствора от массы магния, устанавливают по шести сериям растворов из пяти концентраций для каждой серии согласно табл. 3.

Таблица 3

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении магния

Номер градуировочного раствора	Концентрация градуировочного раствора магния, мкг/см^3	Объем градуировочного раствора магния, см^3	Объем дистиллированной воды, см^3	Содержание магния в анализируемом объеме раствора, мкг
1	0,0	2,0	2,0	0,0
2	0,5	2,0	2,0	1,0
3	0,8	2,0	2,0	1,6
4	1,0	2,0	2,0	2,0
5	2,0	2,0	2,0	4,0
6	3,0	2,0	2,0	6,0
7	5,0	2,0	2,0	10,0

Затем в подготовленные градуировочные растворы добавляют по 1,0 см^3 раствора триэтаноламина с объемной долей 5 %, по 3,0 см^3 аммиачно-ацетатного буферного раствора (pH 10,4—11,0) и по 2,0 см^3 раствора арсеназо-1 с массовой долей 0,06 %. После добавления каждого раствора содержимое пробирок тщательно перемешивают. Через 15 мин измеряют оптическую плотность каждого раствора в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм при длине волны 590 нм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемое вещество (раствор № 1 по табл. 3).

Градуировочные растворы устойчивы в течение 30 мин.

Строят градуировочную характеристику: на ось абсцисс наносят значения содержания вещества в градуировочном растворе (мкг), на ось ординат – соответствующие им значения оптической плотности градуировочных растворов.

9.5. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже 1 раза в три месяца, а также при смене реактивов или изменении условий анализа.

Для контроля стабильности используют вновь приготовленные градуировочные растворы с массовой концентрацией исследуемого вещества в начале, середине и конце диапазона измерений, которые анализируют в точном соответствии с прописью методики.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для каждого контрольного образца выполняется условие:

$$\frac{\left|D_{изм} - D_{гр}\right|}{D_{гр}} \cdot 100 \leq K_{гр}, \text{ где} \qquad (1)$$

$D_{изм}$, $D_{гр}$ – значение оптической плотности образца для контроля измеренное и найденное по градуировочной характеристике соответственно;

$K_{гр}$ – норматив контроля, $K_{гр} = 0{,}5 \cdot \delta$, где

$\pm \delta$ – границы относительной погрешности, % (табл. 1).

Если условие стабильности не выполняется только для одного образца, то повторно анализируют этот образец для исключения результата, содержащего грубую ошибку.

Если градуировочная характеристика нестабильна, выясняют причины нестабильности и повторяют контроль стабильности с использованием других образцов для градуировочной характеристики, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировочной характеристики прибор градуируют заново.

9.6. Отбор проб воздуха

Отбор проб проводят с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 (с изм. 1) и Р 2.2.2006—05 (прилож. 9,обязательное, пп. 2, 3) «Общие методические требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны», раздел 2 – контроль соответствия максимальным ПДК.

Одновременно отбирают две параллельные пробы. Воздух с объемным расходом 5 дм^3/мин аспирируют через фильтры АФА-ХП-20, помещенные в фильтродержатели.

Для измерения ½ ОБУВ дигидроксида магния необходимо отобрать 30 дм^3 воздуха. При отборе измеряют расход, время, атмосферное давление, температуру воздуха.

Отобранные пробы можно хранить в бюксах в холодильнике в течение двух недель.

10. Выполнение измерений

Фильтр с пробой помещают в фарфоровый тигель. Затем тигли с фильтрами ставят в холодную муфельную печь и осторожно, постепенно повышая температуру в печи до 500 °С, избегая воспламенения, фильтры озоляют в течение 30 мин в муфельной печи при температуре 500 °С. После охлаждения в тигли вносят по 0,5 г пиросульфата калия, хорошо перемешивают и сплавляют, постепенно повышая температуру до 600 °С. При температуре (600 ± 10) °С тигли выдерживают 30 мин, затем охлаждают. Каждый плав растворяют в 10 см^3 горячей дистиллированной воды, фильтруют через бумажный фильтр «белая лента» в мерную колбу вместимостью 25 см^3. Каждый фильтр промывают горячей дистиллированной водой и после охлаждения доводят объем раствора в мерной колбе до метки промывным раствором.

Для анализа в пробирки отбирают по 2,0 см^3 каждого из полученных растворов, добавляют по 2,0 см^3 дистиллированной воды.

В каждый из растворов, добавляют по 1,0 см^3 раствора триэтаноламина с объемной долей 5 %, по 3,0 см^3 аммиачно-ацетатного буферного раствора (pH 10,4—11,0) и по 2,0 см^3 раствора арсеназо-1 с массовой долей 0,06 %. После добавления каждого раствора содержимое пробирок тщательно перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность каждого раствора в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм при длине волны 590 нм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемое вещество, который готовят одновременно и аналогично пробе.

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

11. Вычисление результатов измерений

11.1. Массовую концентрацию дигидроксида магния в воздухе рабочей зоны, C, (мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot B \cdot 2,4}{б \cdot V_{20}}, \text{ где} \qquad (2)$$

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

B – общий объем раствора пробы, см^3;

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

2,4 – коэффициент пересчета содержания магния на количество определяемого вещества в воздухе ($Mg(OH)_2$);

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

11.2. За результат измерений принимают среднее арифметическое результата двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости:

$$\frac{2 \cdot |C_1 - C_2| \cdot 100}{(C_1 + C_2)} \le r, \text{ где} \qquad (3)$$

C_1, C_2 – результаты параллельных определений массовой концентрации дигидроксида магния в воздухе рабочей зоны, мг/м^3;

r – значение предела повторяемости, % (табл. 1).

Если условие (3) не выполняется, выясняют причины превышения предела повторяемости, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями методики измерений.

11.3. Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

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

$\overline{C}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по п. 11.2, мг/м^3;

$\pm \delta$ – границы относительной погрешности измерений, % (табл. 1).

В случае, если полученный результат измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация дигидроксида магния менее 1,0 мг/м^3 (более 10 мг/м^3)».

12. Проверка приемлемости результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости

Проверку приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости проводят:

а) при возникновении спорных ситуаций между двумя лабораториями;

б) при проверке совместимости результатов измерений, полученных при сличительных испытаниях (при проведении аккредитации лабораторий и инспекционного контроля).

Для проведения проверки приемлемости результатов измерений в условиях воспроизводимости каждая лаборатория использует пробы, оставленные на хранение.

Приемлемость результатов измерений, полученных в двух лабораториях оценивают сравнением разности этих результатов с критической разностью показателя воспроизводимости по формуле:

$$\frac{2 \cdot \left| C_{cp1} - C_{cp2} \right| \cdot 100}{(C_{cp1} + C_{cp2})} \leq CD_{0,95}, \text{ где} \qquad (4)$$

C_{cp1}, C_{cp2} – средние значения массовой концентрации дигидроксида магния, полученные в первой и второй лабораториях, мг/м^3;

$CD_{0,95}$ – значение критической разности, % (табл. 1).

Если критическая разность не превышена, то приемлемы оба результата измерений, проводимые двумя лабораториями, и в качестве окончательного результата используют их среднеарифметическое значение. Если критическая разность превышена, то выполняют процедуры, изложенные в ГОСТ Р ИСО 5725-6—02 (п. 5.3.3).

При разногласиях руководствуются ГОСТ Р ИСО 5725-6—02 (п. 5.3.4).

13. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6—02, используя контроль показателей повторяемости и правильности; контроль стабильности результатов исследований проводится в соответствии с требованиями руководства по качеству каждого ИЛЦ.

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

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 4 ч.

Методика разработана НИИ медицины труда РАМН (Грицун Е. Н.).

Приложение 1

Приведение объёма воздуха к стандартным условиям

Приведение объёма воздуха к стандартным условиям при температуре 293 К (20 °С) и атмосферном давление 101,33 кПа (760 мм рт. ст.):

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273 + t) \cdot 101{,}33}, \text{ где}$$

V_t – объём воздуха, отобранный 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 расчёта 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.

Акриловая кислота 27
Акролеин 27
Амиксин 16
Бутанол 27
Бутилакрилат 27
Ламизил 55
Метилакрилат 27
Микотербин 55
Тербинафин 55
Тербинафина гидрохлорид 55
Тилаксин 16
Тилорон 16
Триэтилендиамин 43
Этилакрилат 27

gost.e-ecolog.ru