Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Методические указания
МУК 4.1.1352—4.1.1370—03

Выпуск 41

Москва • 2006

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Методические указания
МУК 4.1.1352—4.1.1370—03

Выпуск 41

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2006.—176 с.—Вып. 41.

ISBN 5—7508—0614—6

1. Методические указания подготовлены: Научно-исследовательским институтом медицины труда РАМН, в составе Л. Г. Макеева (руководитель), Г. В. Муравьева, Е. М. Малинина, Е Н. Грицун, Г. Ф. Громова, при участии А. И. Кучеренко (Департамент госсанэпиднадзора Минздрава России).

2. Рекомендованы к утверждению на совместном заседании группы Главного эксперта Комиссии по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию по проблеме «Лабораторно-инструментальное дело и метрологическое обеспечение» и методбюро п/секции «Промышленно-санитарная химия» Проблемной комиссии «Научные основы гигиены труда и профпатологии».

3. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Министерстве здравоохранения Российской Федерации.

4. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации, Первым заместителем Министра здравоохранения РФ Г. Г. Онищенко 16 мая 2003 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.21

© Роспотребнадзор, 2006
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2006

I. Введение

Сборник методических указаний «Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны» (Вып. 41) 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 19 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», ГОСТ Р 8.563—96 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений», МИ 2335—95 «Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа», МИ 2336—95 «Характеристики погрешности результатов количественного химического анализа. Алгоритмы оценивания».

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 2.2.5.686—98 «Предельно допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны», дополнениях 2,3,4,6 к ним и дополнениях 2,3,4 и 5 к ГН 2.2.5.687—98 «Ориентировочные безопасные уровни воздействия (ОБУВ) 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
16 мая 2003 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Фотометрическое измерение массовых концентраций (Т-4) тригидро [тиобис(метан)]бора] (боран-диметилсульфидного комплекса) в воздухе рабочей зоны

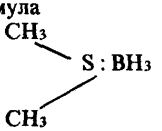
Методические указания
МУК 4.1.1366—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный фотометрический анализ воздуха рабочей зоны на содержание боран-диметилсульфидного комплекса в диапазоне концентраций 0,05—1,0 мг/м³.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула C_2H_9BS.

2.3. Молекулярная масса 75,97.

2.4. Регистрационный номер CAS 13292-87-0.

2.5. Физико-химические свойства.

Боран-диметилсульфидный комплекс представляет собой бесцветную жидкость с резким запахом; $T_{пл.}$ – 40—38 °С, плотность 0,8 г/см³; растворяется в тетрагидрофуране, толуоле, гексане, диэти-

ловом эфире. В газовой фазе диссоциирует на диметилсульфид и диборан, влагой воздуха гидролизуется. Бурно реагирует с кислородсодержащими соединениями, в частности, с серной кислотой с воспламенением. Пары легко воспламеняются, $T_{вспышки}$ =18 °С. Вещество следует хранить на холоде, в атмосфере азота. Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Боран-диметилсульфидный комплекс – высокоопасное вещество при ингаляционном пути поступления, обладает выраженными кумулятивными свойствами, оказывает раздражающее действие на неповрежденную кожу и слизистые оболочки.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) в воздухе рабочей зоны 0,1 мг/м^3.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 23 % при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерения массовой концентрации боран-диметилсульфидного комплекса выполняют методом фотометрии.

Метод основан на образовании окрашенного комплекса бора с кармином после предварительного разложения боран-диметилсульфидного комплекса.

Отбор проб проводят с концентрированием на силикагель.

Нижний предел измерения содержания бора – 0,5 мкг в анализируемом объеме раствора.

Нижний предел измерения концентрации боран-диметилсульфидного комплекса в воздухе – 0,05 мг/м^3 (при отборе 105 дм^3 воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций от 0,05 до 1,0 мг/м^3. Измерению мешают борсодержащие соединения. Методика применена в производстве, где нет других борсодержащих соединений.

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

Фотоэлектроколориметр, КФК-2	
Аспирационное устройство для отбора проб воздуха	ТУ 64-1-862—82
Колбы мерные, вместимостью 25,0 и 100 см^3	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки, вместимостью 1; 5; 10 см^3	ГОСТ 29227—91
Пробирки колориметрические мерные, вместимостью 10 см^3	ГОСТ 25336—82Е
Весы аналитические 2 класса марки ВЛА-200	ГОСТ 24104—88Е
Концентрационные стеклянные трубки с пористой пластинкой, заполненные силикагелем АСК перед отбором анализируемого воздуха	
Термостат Chirana, Чехословакия	
Азот газообразный в баллоне с редуктором	ГОСТ 9293—74

5.2. Реактивы, растворы

Борная кислота, осч	МРТУ 6-09-785—63
Кислота серная концентрированная, хч	ГОСТ 4204—77
Кармин (фирма Goba, Австрия) 0,03 %-ный раствор в концентрированной серной кислоте	
Силикагель, марки АСК, зернением 0,50—0,25 мм	ГОСТ 3956—54

Просеянный силикагель обрабатывают 20 %-ным раствором соляной кислоты при кипячении в течении трех часов, периодически перемешивая. Кислоту сливают и силикагель промывают горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора (проба с нитратом серебра). Промытый силикагель сушат небольшими порциями вначале в термостате при 90—100 °С, затем в токе азота при 200 °С.

Соляная кислота, хч, 20 %-ный р-р	ГОСТ 3118—77
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72

Допускается применение иных средств измерений, вспомогательных устройств, материалов и реактивов, обеспечивающих показатели точности, установленные для данной МВИ.

6. Требования безопасности

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

6.2. При выполнении измерений с использованием фотоэлектроколориметра КФК-2 соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

7. Требования к квалификации операторов

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

8. Условия измерений

8.1. Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении 84—106 кПа и влажности воздуха не более 80%.

8.2. Выполнение измерений на фотоэлектроколориметре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовка фотоэлектроколориметра, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Стандартный раствор № 1 с концентрацией бора 1 мг/см^3 получают растворением 0,5700 г борной кислоты в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Раствор устойчив в течение месяца.

9.1.2. Стандартный раствор № 2 с концентрацией бора 100 мкг/см^3 получают десятикратным разбавлением раствора № 1 дистиллированной водой.

9.1.3. Стандартный раствор № 3 с концентрацией бора 10 мкг/см^3 получают десятикратным разбавлением раствора № 2 дистиллированной водой в день использования.

9.2. Подготовка прибора

Подготовку фотоэлектроколориметра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности раствора от массы бора устанавливают по 5 сериям растворов из 5 параллельных определений для каждой серии, согласно табл. 1.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики для определения бора

№ № пп	Стандартный раствор бора № 3, см³	Дистиллированная вода, см³	Содержание бора, мкг
1	0,0	1,0	0,0
2	0,05	0,95	0,5
3	0,10	0,90	1,0
4	0,20	0,80	2,0
5	0,50	0,50	5,0
6	1,00	0,0	10,0

Затем в каждую пробирку добавляют по 9 см³ 0,03 %-ного раствора кармина в концентрированной серной кислоте, тщательно перемешивают и выдерживают при комнатной температуре в течение часа для достижения максимально интенсивной окраски.

Оптическую плотность растворов измеряют в кювете толщиной слоя 20 мм при длине волны 590 нм относительно раствора сравнения, содержащего все компоненты, кроме борной кислоты. Окрашенные растворы устойчивы в течение суток. Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс – соответствующие им величины бора (мкг).

Проверку градуировочного графика проводят один раз в квартал или в случае использования новой партии реактивов и изменения условий анализа.

9.4. Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 7 дм³/мин аспирируют через стеклянные трубочки, заполненные 1,5 г силикагеля. Для определения

0,5 ОБУВ следует отобрать 105 дм³ воздуха. Пробы анализируют в день отбора.

10. Выполнение измерений

Силикагель из концентрационной трубочки переносят в пробирку с притертой пробкой, заливают 1,5 см³ дистиллированной воды, тщательно встряхивают и оставляют на 30 мин, периодически повторяя встряхивание для лучшей десорбции анализируемого вещества. Степень десорбции с силикагеля 96,5 %. Берут на анализ 1 см³, добавляют 9 см³ 0,03 %-ного раствора кармина в концентрированной серной кислоте, хорошо перемешивают и через 1 ч замеряют оптическую плотность раствора пробы при длине волны 590 нм по отношению к раствору сравнения. По градуировочному графику находят содержание бора в анализируемой пробе.

11. Вычисление результатов измерений

Концентрацию боран-диметилсульфидного комплекса в воздухе рабочей зоны С (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{а \cdot в \cdot К}{б \cdot V_0}, \text{ где}$$

а – содержание бора в анализируемом объеме, найденное по градуировочному графику, мкг;

в – общий объем раствора пробы, см³;

б – объем раствора пробы, взятой для анализа, см³;

К – коэффициент пересчета бора на боран-диметилсульфидный комплекс, равный 7,03;

V_0 – объем воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям, дм³ (прилож.1).

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа представляют в виде:

С + Δ мг/м³, Р = 0,95, где Δ – характеристика погрешности, Δ = 23,1 %;

С – значение массовой концентрации анализируемого компонента в пробе.

13. Контроль погрешности методики

Таблица 2

Значения характеристики погрешности, нормативов оперативного контроля погрешности и воспроизводимости

Диапазон определяемых концентраций боран диметилсульфидного комплекса, мг/м³	Наименование метрологической характеристики		
	характеристика погрешности, Δ % отн.	норматив оперативного контроля погрешности, К, % отн. (P=0,95; m=3)	норматив оперативного контроля воспроизводимости Д, % отн. (P=0,95, m=2)
0,05—1	23,1	23,1	18,5

13.1. Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля являются реальные пробы воздуха. После отбора силикагель делят на две равные части (по весу) и анализируют в точном соответствии с прописью методики, максимально варьируя условия проведения анализа, т. е. получают два результата анализа, 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:

$$\frac{x_1 - x_2}{\bar{x}} \cdot 100 \le D$$

x_1 – результат анализа рабочей пробы;

x_2 – результат анализа этой же пробы, полученной в другой лаборатории или в этой же, но другим аналитиком с использованием другого набора мерной посуды и других партий реактивов;

D – допускаемые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы – норматив воспроизводимости.

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

13.2. 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 пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Раствор после обработки силикагеля делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики, получают результат анализа исходной рабочей пробы (C_1), вторую разбавляют в два раза и снова делят на две равные части, первую – анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза (C_2), а во вторую часть делают добавку анализируемого компонента (х) до массовой концентрации исходной рабочей пробы (С) (общая концентрация не должна превышать верхнюю границу диапазона измерения) анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза с добавкой (C_3). Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия:

$$(C_3 - C_2 - x) + (2C_2 - C_1) \leq K, \text{ где}$$

C_1 – результат анализа рабочей пробы;

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

C_3 – результат анализа рабочей пробы, разбавленной в 2 раза с добавкой анализируемого компонента;

x – величина добавки анализируемого компонента;

K – норматив оперативного контроля погрешности.

$$K = 23{,}1\ \%.$$

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 1,5—2 ч.

Методические указания разработаны: Нижегородский НИИ гигиены и профпатологии (В. П. Ипполитова).

Приложение 1

Приведение объема воздуха к стандартным условиям

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (Т 20 °С и давление 101,33 кПа) проводят по формуле:

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

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.

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

	Давление Р, кПа/мм рт. ст.									
° С	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. азаметиофос	54
2. 1-амидогуанидиний гидрокарбонат	37
3. боран-диметилсульфидный комплекс	129
4. бродифакум	15
5. бромадиалон	6
6. клотримазол	155
7. септабик	45
8. тексанол-эфирный спирт	137
9. триметилолпропан диаллиловый эфир	121
10. углекислый кальций	78
11. хлорфасинон	163
12. циангуанидин	62
13. эсбиотрин	95
14. эток	104

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным методическим указаниям по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Название вещества	Опубликованные методические указания
1	2
Желатин	МУ № 1719—77 «Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок». – Вып. 1—5. – М., 1981. – 235 с.
Крахмал	_____» _____» _____» _____
Сахарная пудра (сахароза)	_____» _____» _____» _____

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Методические указания МУК 4.1.1352—4.1.1370—03

Выпуск 41

Редакторы Аванесова Л. И., Кожока Н. В., Кучурова Л. С., Максакова Е. И.
Технический редактор Климова Г. И.

Подписано в печать 30.12.05

Формат 60x88/16 Печ. л. 11,0

Тираж 500 экз. Заказ 6471

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

Оригинал-макет подготовлен к печати издательским отделом Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, г. Москва, Варшавское ш., 19а.
Отделение реализации печатной продукции, 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, г. Москва, Шлюзовая наб., 10. Тел. 235-20-30

gost.e-ecolog.ru