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

Спектрофотометрические измерения массовых концентраций магния дихлорида гексагидрата в воздухе рабочей зоны

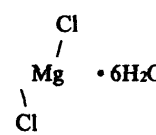
Методические указания МУК 4.1.1361—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный спектрофотометрический анализ воздуха рабочей зоны на содержание магния дихлорида гексагидрата в диапазоне концентраций 1,0—10,0 мг/м³.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула $Cl_2 Mg H_{12} O_6$.

2.3. Молекулярная масса 203,3.

2.4. Регистрационный номер CAS 7791-18-6.

2.5. Физико-химические свойства.

Магний дихлорид гексагидрат (бишофит) – бесцветные, моноклинные гигроскопические кристаллы, $T_{пл.}$ = 106 °С, d = 1,56 г/см³, хорошо растворим в воде, этаноле, метаноле.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Обладает общетоксическим действием.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) магния дихлорида гексагидрата в воздухе рабочей зоны 2 мг/м^3.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений магния дихлорида гексагидрата с погрешностью, не превышающей ± 16,6 %, при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации магния дихлорида гексагидрата выполняют методом спектрофотометрии.

Метод основан на реакции образования окрашенного в красно-фиолетовый цвет комплексного соединения магния с арсеназо – 1.

Измерение проводят при длине волны 572 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания магния дихлорида гексагидрата в анализируемом объеме раствора – 1 мкг.

Нижний предел измерения концентрации магния дихлорида гексагидрата в воздухе 1,0 мг/м^3 (при отборе 20 дм^3 воздуха).

Метод специфичен на стадии фасовки магния дихлорида гексагидрата.

На стадии фасовки присутствие каких-либо других веществ в воздухе производственного помещения исключено.

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-26	
Аспирационное устройство, марка 822	ГОСТ 2.6.01—86
Фильтродержатель	ТУ 95-72-05—77
Колбы мерные, вместимостью 25, 50 и 100 см^3	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки, вместимостью 1, 2, 5 и 10 см^3	ГОСТ 29227—91

Пробирки колориметрические, вместимостью 10 см³	ГОСТ 25336—82Е
Кюветы с толщиной слоя 20 мм	
Весы аналитические лабораторные ВЛА-200	ГОСТ 24104—88Е
Фильтры АФА-ХА-20	ТУ 95-743—80
Бюксы стеклянные, вместимостью 50 см³	ГОСТ 7148—70

5.2. Реактивы, растворы

Магний дихлорид гексагидрат, хч	ГОСТ 4209—67
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Арсеназо-1, чда, очищенный 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	
0,06 % – водный раствор арсеназо-1 готовят из очищенного арсеназо-1	ТУ 6-09-4729—79
Спирт этиловый регенерированный	ГОСТ 4448—71
Аммиак водный 25 %-ный, чда, 0,2 М раствор	ГОСТ 3760—79
Уксусная кислота ледяная, хч	ГОСТ 61—75
Триэтаноламин, ч, 5 %-ный водный раствор	ТУ 6-09-2448—72
Аммиачно-ацетатный буферный раствор (pH 10,4 – 11,0)	

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

6. Требования безопасности

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

6.2. При проведении анализа горючих и вредных веществ должны соблюдаться меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—76.

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 операторов

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

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 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. Стандартный раствор магния дихлорида гексагидрата № 1 с концентрацией 1 мг/см^3 готовят растворением 0,1 г магния дихлорида гексагидрата в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

Раствор устойчив в течение 1 месяца.

9.1.2. Стандартный раствор № 2 с концентрацией 10 мкг/см^3 готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 дистиллированной водой в день анализа.

9.1.3. 0,2 М раствор аммиака готовят следующим образом: 15,1 см^3 25 %-ного раствора аммиака растворяют в 1 000 см^3 дистиллированной воды.

9.1.4. 0,2 М раствор уксусной кислоты готовят растворением 11,62 см^3 ледяной уксусной кислоты в 1 000 см^3 дистиллированной воды.

9.1.5. Аммиачно-ацетатный буферный раствор с pH 10,4—11,0 готовят следующим образом: 976 см^3 0,2 М раствора аммиака сме-

шивают с 24 см³ 0,2 М раствора уксусной кислоты (раствор устойчив в течение месяца).

9.1.6. 5 %-ный водный раствор триэтаноламина готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 4,45 см³ триэтаноламина и 95,55 см³ дистиллированной воды.

9.1.7. 0,06 %-ный раствор арсеназо-1 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 100 см³ вносят 0,06 г арсеназо-1 и добавляют 99,04 см³ дистиллированной воды.

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 магния дихлорида гексагидрата, устанавливают по шести сериям растворов из пяти параллельных определений для каждой серии, согласно табл. 1.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении магния дихлорида гексагидрата

№ стандарта	Стандартный раствор № 2, см³	Вода, см³	Содержание магния дихлорида гексагидрата в градуировочном растворе, мкг
1	0	4,0	0
2	0,1	3,9	1,0
3	0,2	3,8	2,0
4	0,5	3,5	5,0
5	0,7	3,3	7,0
6	0,9	3,1	9,0
7	1,0	3,0	10

Градуировочные растворы устойчивы в течение недели.

В подготовленные градуировочные растворы добавляют по 1 см³ 5 %-ного раствора триэтаноламина и по 3 см³ аммиачно-ацетатного буферного раствора (pH 10,4—11,0). Содержимое пробирок тщательно встряхивают. Затем во все пробирки добавляют по 0,2 см³ 0,06 %-ного раствора арсеназо-1 и содержимое пробирок тщательно встряхивают. Объемы раствора доводят водой до 10 см³, снова перемешивают и через 15 мин измеряют оптическую плот-

ность растворов в кюветах с толщиной оптического слоя 20 мм при длине волны 572 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 3 месяца или в случае изменения условий анализа.

9.4. Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 2 дм³/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА-20, помещенный в фильтродержатель. Для измерения ½ ОБУВ магния дихлорида гексагидрата необходимо отобрать 20 дм³ воздуха. Отобранные пробы хранятся в течение 2 недель в бюксах с притертами пробками в холодильнике.

10. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в бюкс и экстрагируют 2 раза по 10 см³ дистиллированной воды. Экстракты объединяют. Степень десорбции с фильтра 98 %.

Для анализа отбирают 1,0 см³ раствора в колориметрическую пробирку и доводят объем до 4 см³ водой.

Далее анализ проводят аналогично градуировочным растворам. 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 магния дихлорида гексагидрата (мкг) в анализируемом объеме раствора проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию магния дихлорида гексагидрата С в воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot B}{б \cdot V}, \text{ где}$$

а – содержание вещества в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочному графику, мкг;

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

В – общий объем раствора пробы, см³;

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

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа магния дихлорида гексагидрата представляют в виде:

$$C \pm 0{,}01 \cdot \delta_{\Sigma} \cdot C, \text{ мг/м}^3, \; P = 0{,}95, \text{ где}$$

δ_{Σ} – характеристика погрешности.

С – значение массовой концентрации анализируемого компонента в пробе.

13. Контроль погрешности методики КХА

Таблица 2

Значение погрешности, норматива оперативного контроля погрешности и норматива оперативного контроля воспроизводимости

Диапазон определяемых массовых концентраций магния дихлорида гексагидрата, мг/м³	Наименование метрологической характеристики		
	границы относительной погрешности ± δ_{Σ}%, P = 0,95	норматив оперативного контроля воспроизводимости, D, %, (P=0,95)	норматив оперативного контроля погрешности, K, %, (P=0,90)
1,0—10	16,6	19,7	19,7

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

13.1. 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:

$$2|C_1 - C_2| < 0{,}01D \cdot |C_1 + C_2|, \text{ где}$$

C_1 – результат анализа рабочей пробы;

C_2 – результат анализа этой же пробы, в условиях межлабораторной воспроизводимости;

D – допустимые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы, табл. 2.

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива D, 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 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), рабочей пробы, 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:

$$|C_3 - C_2 - X| + |2C_2 - C_1| < 0{,}01\ K \cdot C_1, \text{ где}$$

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, табл. 2.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 1 ч 30 мин.

Методические указания разработаны: НИЦ «ЭКОС», Москва (В. А. Рыжов).

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