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

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций N-децил-N,N-диметилдекан-1-аммонийбромид клатрата с карбамидом (1 : n) (септабика) в воздухе рабочей зоны

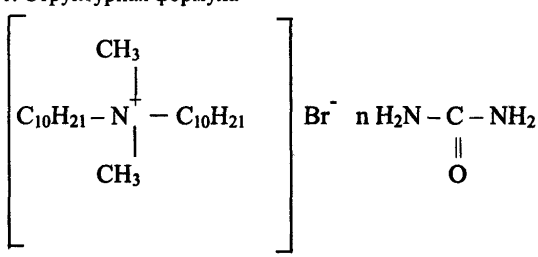
Методические указания
МУК 4.1.1356—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный спектрофотометрический анализ воздуха рабочей зоны на содержание септабика в диапазоне концентраций 0,25—1,25 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула $C_{22}H_{48}BrN \cdot nCH_4N_2O$.
2.3. Молекулярная масса 1367,5 (для n = 16).

2.4. Регистрационный номер CAS отсутствует.

2.5. Физико-химические свойства.

Септабик – мелкозернистый порошок белого цвета, без запаха, $T_{плавл.}$ 138—142 °С, растворим в спиртах, в водной среде распадается на дидецилдиметиламмония бромид и карбамид.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Септабик обладает умеренно местно-раздражающим действием на кожу и выраженным раздражающим действием на слизистые оболочки глаз.

Класс опасности – второй.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) септабика в воздухе рабочей зоны – 0,5 мг/м^3.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений септабика с погрешностью, не превышающей ± 12 % при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации септабика выполняют методом спектрофотометрии.

Метод основан на распаде септабика в водной среде на карбамид и дидецилдиметиламмония бромид и реакции взаимодействия аммиака (продукта разложения карбамида в щелочной среде при нагревании) с реактивом Несслера с образованием окрашенного в желтый цвет продукта реакции.

Измерение проводят при длине волны 430 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания септабика в анализируемом объеме пробы – 50 мкг.

Нижний предел измерения концентрации септабика в воздухе 0,25 мг/м^3 (при отборе 400 дм^3 воздуха).

Метод селективен в условиях приготовления растворов септабика в качестве дезинфицирующего средства.

Измерению не мешают сопутствующие вещества: изопропанол, этанол, используемые в качестве растворителей септабика.

Измерению мешает аммиак, но его влияние устраняется в процессе отбора пробы воздуха.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Спектрофотометр марки СФ-26	ГОСТ 15150—79
Аспирационное устройство модель 822	ГОСТ 2.6.01—86
Фильтродержатель	ТУ 95-72-05—77
Фильтры АФА-ВП-10	ТУ 95-743—80
Весы аналитические ВЛР-200	ГОСТ 24104—88Е
Колбы мерные, вместимостью 25 $см^3$	ГОСТ 1770—74Е
Стаканы химические, вместимостью 25 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Пипетки, вместимостью 1,2,5 и 10 $см^3$	ГОСТ 29227—91
Пробирки колориметрические, вместимостью 10 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм	
Водяная баня	ТУ 64-1-2850—76
Пробирки с пришлифованными воздушными холодильниками, длина воздушного холодильника 50 см, диаметр 0,5 см	ГОСТ 1770—74Е

5.2. Реактивы, растворы

Септабик – продукт фирмы «Абик», Израиль, с содержанием основного вещества не менее 99 %	ТУ 2636-010-002005067—99
Реактив Несслера, чда	ТУ 6-09-2039—72
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Гидроксид натрия, хч, 10 %-ный раствор	ГОСТ 4328—77

Допускается использование других средств измерения, вспомогательного оборудования, материалов и реактивов с техническими и метрологическими характеристиками и квалификацией не хуже утвержденных в разделе.

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 проведении анализов горючих и вредных веществ должны соблюдаться требования 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 оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим и среднеспециальным образованием, прошедшие обучение работе на спектрофотометре.

8. Условия измерений

8.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении 84,0—106,6 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: приготовление растворов, подготовку спектрофотометра, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Основной стандартный раствор Септабика с концентрацией 100 мкг/см^3 готовят растворением 10 мг Септабика в воде в мерной колбе вместимостью 100 см^3. Раствор устойчив в течение недели.

9.1.2. Раствор гидроксида натрия 10 %-ного 10 г гидроксида натрия помещают в колбу вместимостью 100 см^3 и приливают 90 см^3 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 септабика, устанавливают по 5 сериям растворов из 5 параллельных определений для каждой серии, согласно табл. 1.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении септабика

№ стандарта	Основной стандартный раствор септабика, см³	Дистиллированная вода, см³	Содержание септабика в градуировочном растворе, мкг
1	0	3,0	0
2	0,5	2,5	50
3	1,0	2,0	100
4	1,5	1,5	150
5	2,0	1,0	200
6	2,5	0,5	250

Градуировочные растворы устойчивы в течение 1 ч.

В подготовленные градуировочные растворы добавляют по 1 см³ 10 %-ного раствора гидроксида натрия, перемешивают и помещают в кипящую водяную баню на 20 мин, затем охлаждают, добавляют по 0,5 см³ реактива Несслера, содержимое пробирок встряхивают и через 5 мин измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм при длине волны 430 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).

Проверку градуировочного графика проводят не реже 1 раза в 3 месяца и при изменении условий анализа.

9.4. Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 20 дм³/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, помещенный в фильтродержатель. Для измерения ½ ПДК септабика следует отобрать 400 дм³ воздуха.

Отобранные пробы могут храниться в течение 10 суток в пробирках с притертыми пробками в холодильнике.

10. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в химический стакан вместимостью 25 см³ и заливают 6 см³ дистиллированной воды. Оставляют на 5—10 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой. Степень десорбции септабика с фильтра 98 %.

Для анализа отбирают 3 см³ раствора.

Далее анализ проводят аналогично градуировочным растворам Оптическую плотность анализируемого раствора пробы измеряют аналогично градуировочным растворам по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам, используя чистый фильтр.

Количественное определение содержания септабика (мкг) в анализируемом объеме раствора проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

11. Вычисление результатов измерения

Концентрацию септабика в воздухе (C, мг/м³) вычисляют по формуле:

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

$а$ – содержание септабика в анализируемом объеме раствора, найденное по градуировочному графику, мкг;

$в$ – общий объем раствора пробы, мм³;

$б$ – объем раствора пробы, взятой для анализа, мм³;

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

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа представляют в виде:

$(C \pm \Delta)$ мг/м³, $P = 0{,}95$, значение $\Delta = 0{,}0048 + 0{,}12C$ мг/м³, где

Δ – характеристика погрешности.

C – значение массовой концентрации анализируемого компонента в пробе.

13. Контроль погрешности методики КХА

Значения характеристики погрешности, норматива оперативного контроля погрешности и норматива оперативного контроля воспроизводимости приведены в табл. 2.

Таблица 2

Диапазон определяемых концентраций Септабика, мг/м³	Наименование метрологической характеристики		
	характеристика погрешности Δ, мг/м³, p = 0,95	норматив оперативного контроля погрешности, K, мг/м³ (p = 0,90, m = 3)	норматив оперативного контроля воспроизводимости, D, мг/м³ (p = 0,95, m = 2)
0,25—1,25	0,0048 + 0,12 C	0,00093 + 0,16 C	0,013 + 0,35 C

Метрологические характеристики приведены в виде зависимости от значения массовой концентрации анализируемого компонента в пробе *C*.

13.1. 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 выходить за верхнюю границу диапазона измерения) и анализируют в точном соответствии с прописью методи-

ки, 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:

$$|C_3 - C_2 - X| + |2C_2 - C_1| \le K, \text{ где}$$

C_1 – результат анализа рабочей пробы;

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

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

X – величина добавки анализируемого компонента;

K – норматив оперативного контроля погрешности.

$$K = 0{,}00093 + 0{,}16C \text{ мг/м}^3$$

13.2. 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:

$$|C_1 - C_2| \le D, \text{ где}$$

C_1 – результат анализа рабочей пробы;

C_2 – результат анализа этой же пробы, полученный в другой лаборатории или в этой же, но другим аналитиком с использованием другого набора мерной посуды и других партий реактивов;

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

$$D = 0{,}013 + 0{,}35C \text{ мг/м}^3$$

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

14. Нормы затрат времени на анализ

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

Методические указания разработаны НИИ медицины труда РАМН (Е. Н. Грицун); ОАО НИЦБЫТХИМ (С. А. Медведева).

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