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 изодеканола в воздухе рабочей зоны

Методические указания МУК 4.1.1346—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный спектрофотометрический анализ воздуха рабочей зоны на содержание изодеканола в диапазоне концентраций 5,0—40,0 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула

$$CH_3\,(CH_2)_8\,CH_2\,OH$$

2.2. Эмпирическая формула $C_{10}H_{22}O$.

2.3. Молекулярная масса 158,32.

2.4. Регистрационный номер CAS 25339-17-7.

2.5. Физико-химические свойства.

Изодеканол – бесцветная вязкая жидкость с запахом.

Температура кипения 215—229 °С. Растворим в этаноле, изопропаноле. Трудно растворим в воде. Растворим в растворе серной кислоты (3 : 1).

В воздухе находится в виде паров и аэрозоля.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Изодеканол оказывает раздражающее действие на кожу и слизистые. Проникает через неповрежденные кожные покровы.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) изодеканола в воздухе рабочей зоны – 10 мг/м^3.

gost.e-ecolog.ru

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью не превышающей ± 15 % при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации изодеканола выполняют методом спектрофотометрии.

Метод основан на реакции образования окрашенного в желтый цвет соединения при взаимодействии изодеканола с п-диметиламинобензальдегидом в присутствии серной кислоты. С последующим фотометрированием при 450 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием.

Нижний предел измерения содержания изодеканола в анализируемом объеме пробы – 10 мкг.

Нижний предел измерения концентрации изодеканола в воздухе 5,0 мг/м^3 (при отборе 4 дм^3 воздуха).

Метод селективен в условиях производства синтетических моющихся средств.

По условиям технологического процесса в воздухе может присутствовать окись этилена, но ее влияние устраняется в процессе отбора проб воздуха.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Спектрофотометр марки СФ-46	
Аспирационное устройство	ГОСТ 17. 2.6.01—86
Фильтродержатель	ТУ 95-72-05—77
Поглотительные приборы Рыхтера	ГОСТ 6755—73
Колбы мерные, вместимостью 25, 100 см^3	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки, вместимостью 1, 2, 5, 10 см^3	ГОСТ 29227—91
Пробирки колориметрические, вместимостью 10 см^3	ГОСТ 1770—74Е
Баня водяная	ТУ 46-22-608—75
Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм	
Фильтры АФА-ВП-10	ТУ 95-743—80
Весы лабораторные ВЛР-200	ГОСТ 24104—88Е

5.2. Реактивы, растворы

Изодеканол	МРТУ 6-09-2476—65
Серная кислота ($d \approx 1{,}84$) хч, раствор 3 : 1 (по объему)	ГОСТ 4204—77
Этиловый спирт, ректификат	ГОСТ 5962—67
n-диметиламинобензальдегид 5 %-й раствор в растворе серной кислоты 3 : 1. Для анализа применяют свежеприготовленный раствор	МРТУ 6-09-634—63
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72

Допускается использование других средств измерения, вспомогательного оборудования, материалов и реактивов с техническими и метрологическими характеристиками и квалификацией не хуже приведенных 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 меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—76.

6.3. При выполнении измерений с использованием спектрофотометра соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке результатов допускают лиц с высшим и среднеспециальным образованием, имеющих навыки работ 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, подготовка спектрофотометра, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Стандартный раствор изодеканола № 1 готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ добавляют 5—7 $см^3$ раствора серной кислоты 3 : 1 и взвешивают. Затем добавляют 1—2 капли изодеканола и вновь взвешивают. Объем раствора доводят до метки раствором серной кислоты 3 : 1 и рассчитывают содержание изодеканола в 1 $см^3$ раствора.

9.1.2. Стандартный раствор № 2 с концентрацией изодеканола 100 $мкг/см^3$ готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 раствором серной кислоты 3 : 1. Раствор устойчив в течение 3 суток.

9.1.3. Раствор серной кислоты 3 : 1 (по объему).

К 25,0 $см^3$ воды осторожно добавляют 75,0 $см^3$ серной кислоты концентрированной.

9.1.4. Раствор n-диметиламинобензальдегида 5 %-й в растворе серной кислоты 3 : 1.

Растворяют 5 г n-диметиламинобензальдегида в 95 $см^3$ раствора серной кислоты (3 : 1).

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 изодеканола от массы изодеканола, устанавливают по пяти сериям растворов из пяти параллельных определений для каждой серии, согласно табл. 1.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении изодеканола

№ стандарта	Стандартный раствор изодеканола № 2, $см^3$	Раствор серной кислоты 3 : 1, $см^3$	Содержание изодеканола в градуировочном растворе, мкг
1	0	3,0	0
2	0,1	2,9	10
3	0,2	2,8	20
4	0,4	2,6	40
5	0,6	2,4	60
6	0,8	2,2	80

Градуировочные растворы устойчивы в течение 1 суток.

В подготовленные градуировочные растворы добавляют по 0,2 $см^3$ раствора п-диметиламинобензальдегида, перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане в течение 15 мин. После охлаждения измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 450 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (раствор № 1 по таблице). 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 в случае использования новой партии реактивов, но не реже 1 раза в 3 месяца.

9.4. Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 1 $дм^3$/мин аспирируют через систему, состоящую из последовательно соединенного фильтродержателя с фильтром АФА-ВП-10 и поглотительного прибора Рыхтера с 6 $см^3$ раствора серной кислоты 3 : 1.

Для измерения ½ ОБУВ изодеканола следует отобрать 4 $дм^3$ воздуха. Срок хранения отобранных проб – 3 дня.

10. Выполнение измерения

После отбора пробы фильтр с отобранной пробой помещают в пробирку и заливают содержимым поглотительного прибора. Оставляют на 10 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения. Степень десорбции вещества с фильтра – 98 %. Для анализа отбирают 3 $см^3$ раствора пробы. Далее анализ проводят аналогично градуировочным растворам. Оптическую плотность раствора измеряют аналогично градуировочным растворам по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам, используя чистый фильтр.

Количественное определение изодеканола в анализируемой пробе проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

11. Вычисление результатов измерения

Концентрацию изодеканола в воздухе (C, мг/$м^3$) вычисляют по формуле:

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

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

В – общий объем раствора пробы, $см^3$;

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

V – объем воздуха ($дм^3$), отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям (см. прилож. 1).

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа представляют в виде:

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

Δ – характеристика погрешности;

С – массовой концентрации анализируемого компонента в пробе.

Значение $\Delta = 0,01 + 0,14\ C$.

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 изодеканола, $мг/м^3$	Наименование метрологической характеристики		
	характеристика погрешности, Δ, $мг/м^3$ ($P = 0,95$)	норматив оперативного контроля погрешности, *К*, $мг/м^3$ ($P = 0,9$; $m = 3$)	норматив оперативного контроля воспроизводимости, *Д*, $мг/м^3$ ($P = 0,95$; $m = 2$)
От 5,0 до 40,0	$0,01 + 0,14\ C$	$0,01 + 0,21\ C$	$0,02 + 0,16\ C$

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. Отобранный объем 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:

$$|C_1 - C_2| \leq Д, \text{ где}$$

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;

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

$$Д = 0{,}02 + 0{,}16\,C \text{ (мг/м}^3\text{), где}$$

C – значение массовой концентрации анализируемого компонента в пробе.

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. Отобранный объем пробы делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа рабочей пробы – C_1, вторую разбавляют соответствующим растворителем в два раза и снова делят на две части, первую часть из которых 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 (X) до массовой концентрации исходной рабочей пробы (C_1) (общая концентрация не должна выходить за верхнюю границу диапазона концентраций) 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:

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

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.

$$K = 0{,}01 + 0{,}21\ C\ (\text{мг/м}^3), \text{ где}$$

C – значение массовой концентрации анализируемого компонента в пробе.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из шести проб требуется 1 ч.

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

gost.e-ecolog.ru