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 альфа-изодецил-омега-гидроксигекса (окси-1,2-этандиола) (ПАВ-тренд-90) в воздухе рабочей зоны

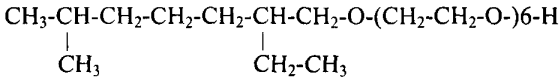
Методические указания МУК 4.1.1341—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают метод количественного спектрофотометрического анализа воздуха рабочей зоны на содержание ПАВ-тренд-90 в диапазоне концентраций 1,5—15,0 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула: $C_{22}H_{46}O_7$.

2.3. Молекулярная масса: 422,0.

2.4. Регистрационный номер CAS 61827-42-7.

2.5. Физико-химические свойства.

ПАВ-тренд-90 – гексаполиэтиленгликолевый эфир а-изодецилового спирта. Жидкость с желтоватым оттенком и с умеренным запахом. Растворим в воде и органических растворителях (этанол, изопропанол), не растворим в ксилоле и жирах. Не разлагается, не гидролизуется. Температура замерзания – 17 °С. Плотность – 0,994 кг/дм^3.

В воздухе находится в виде паров и аэрозоля.

2.6. Токсикологическая характеристика ПАВ-тренд-90.

Обладает резко выраженным раздражающим действием на оболочки глаз и слабым раздражающим действием на кожу.

gost.e-ecolog.ru

Ориентировочный безопасный уровень воздействия /ОБУВ/ ПАВ-тренд-90 в воздухе – 3 мг/м^3.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 13 % при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерения массовой концентрации ПАВ-тренд-90 выполняют методом спектрофотометрии.

Метод основан на образовании окрашенных в желтый цвет растворов при взаимодействии ПАВ-тренд-90 с n-диметиламинобензальдегидом в растворе серной кислоты. С последующим фотометрированием при 440 нм.

Отбор проб проводится с концентрированием.

Нижний предел измерения содержания ПАВ-тренд-90 в анализируемом объеме пробы 40 мкг.

Нижний предел измерения концентрации в воздухе 1,5 мг/м^3 (при отборе 40 дм^3 воздуха).

Метод селективен в условиях производства ПАВ-тренд-90.

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

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	ГОСТ 15150—69
Аспирационное устройство	ГОСТ 17.2.6.01—86
Поглотительные приборы Рыхтера	ГОСТ 6755—73
Колориметрические пробирки с пробками, вместимостью 10 см^3	ГОСТ 1770—74Е
Колбы мерные, вместимостью 25 см^3	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки, вместимостью 1, 2, 5 см^3	ГОСТ 29227—91
Стакан химический, вместимостью 25 см^3	ГОСТ 25336—82Е
Фильтродержатель	ТУ 95-743—80
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

ПАВ-тренд-90 с содержанием основного вещества не менее 90 %	ТУ 6-00-04691277—95
Серная кислота (d = 1,84), хч. Раствор 3 : 1 (по объему)	ГОСТ 4204—77
п-Диметиламинобензальдегид, 5 %-й раствор в растворе серной кислоты 3 : 1. Для анализа применяется 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 соблюдать 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 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке результатов допускаются лица с высшим и средне-специальным образованием, имеющие 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, подготовка спектрофотометра, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. *Стандартный раствор № 1* готовят следующим образом. В мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ наливают 10 $см^3$ раствора серной кислоты 3 : 1 и взвешивают. Затем вносят 2 капли ПАВ-тренд-90 и взвешивают вторично. Объем раствора доводят до метки раствором серной кислоты 3 : 1, перемешивают и вычисляют содержание ПАВ-тренд-90 в 1 $см^3$ с учетом того, что содержание основного вещества составляет 90 %. Раствор устойчив в течение недели.

9.1.2. *Стандартный раствор № 2* с концентрацией ПАВ-тренд-90 100 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 п-диметиламинобензальдегида 5 %-й в растворе серной кислоты 3 : 1.* Растворяют 5 г п-диметиламинобензальдегида в 95 $см^3$ серной кислоты (3 : 1). Раствор используется свежеприготовленным.

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

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении ПАВ-тренд-90

№ стандарта	Стандартный раствор ПАВ-тренд-90 № 2, $см^3$	Раствор серной кислоты 3 : 1, $см^3$	Содержание ПАВ-тренд-90 в градуировочном растворе, мкг
1	0	4,0	0
2	0,4	3,6	40
3	0,8	3,2	80
4	1,0	3,0	100
5	2,0	2,0	200
6	4,0	0	400

Градуировочные растворы устойчивы в течение суток.

В приготовленные градуировочные растворы добавляют по 0,5 $см^3$ раствора п-диметиламинобензальдегида, перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане в течение 20 мин. После охлаждения измеряют

оптическую плотность растворов при длине волны 440 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 1 см 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 месяц.

9.4. Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 2 дм^3/мин аспирируют через последовательно соединенные фильтродержатель с фильтром АФА-ВП-10 и поглотитель Рыхтера, содержащий 6 см^3 раствора серной кислоты 3 : 1. Для измерения 0,5 ОБУВ ПАВ-тренд-90 следует отобрать 40 дм^3 воздуха. Срок хранения отобранных проб – одни сутки.

10. Выполнение измерения

После отбора пробы фильтр с отобранной пробой помещают в химический стакан; заливают содержимым поглотительного прибора и оставляют на 15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Степень десорбции ПАВ-тренд-90 с фильтра – 98 %.

Для анализа в колориметрическую пробирку отбирают 4 см^3 полученного раствора и обрабатывают аналогично градуировочным растворам. Измеряют оптическую плотность полученных растворов аналогично градуировочным растворам.

Раствором сравнения служит контрольный раствор, который готовят одновременно и аналогично пробам, используя чистый фильтр.

11. Вычисление результатов измерений

Концентрацию ПАВ-тренд-90 в воздухе (C, мг/м^3) вычисляют по формуле:

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

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

B – общий объем раствора пробы, см^3;

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

V – объем воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям, дм^3 (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;
C – массовая концентрация анализируемого компонента в пробе.
Значение $\Delta = 0,01 \pm 0,12\ C$.

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 ПАВ-тренд-90, мг/м^3	Наименование метрологической характеристики		
	характеристика погрешности, Δ, мг/м^3 ($P = 0,95$)	норматив оперативного контроля погрешности, K, мг/м^3 ($P = 0,9$; $m = 3$)	норматив оперативного контроля воспроизводимости, $Д$, мг/м^3 ($P = 0,95$; $m = 2$)
От 1,5 до 15,0	$0,01 + 0,12C$	$0,01 + 0,19C$	$0,021 + 0,18\ C$

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

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:

$$|C_1 - C_2| \le Д, \text{ где}$$

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.

$$Д = 0,021 + 0,18\ C \text{ (мг/м}^3\text{), где}$$

C – массовая концентрация анализируемого компонента в пробе.

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указан-

ного 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) и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой (общая концентрация не должна выходить за верхнюю границу диапазона измерения).

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.

$$K = 0{,}01 + 0{,}19\,C \text{ (мг/м}^3\text{)}, \text{ где}$$

C – массовая концентрация анализируемого компонента в пробе.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из шести проб требуется 1 час.

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

gost.e-ecolog.ru