

## УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный врач  
Российской Федерации,  
Первый заместитель министра здравоохранения  
Российской Федерации

5 марта 2004 г.  Г. Онищенко

МУК 4.1.1857-04

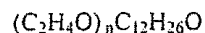
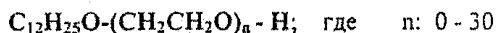
Дата введения: с 1 июля 2004 г.

### МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по измерению концентраций полиоксиэтилен додецилового эфира в воздухе  
рабочей зоны спектрофотометрическим методом

Настоящие методические указания устанавливают метод спектрофотометрии для определения в воздухе рабочей зоны массовой концентрации полиоксиэтилен додецилового эфира в диапазоне 5 - 40 мг/м<sup>3</sup>.

Полиоксиэтилен додециловый эфир - действующее вещество препарата А-100, Ж (800 г/л), фирма производитель «Кумиан Кемикал Индастри Ко., Лтд», Япония.



Мол. масса (средняя) 494

Светло-желтая прозрачная жидкость со слабым запахом. Температура замерзания: -12°C. Плотность: 0,980 г/см<sup>3</sup> (40°C). Растворимость в органических растворителях (г/100 см<sup>3</sup>): ацетон - 200-400; гексан, гептан - менее 100; дихлорметан - более 400; метанол, этанол - более 400; ксилол - 100 - 200. Растворимость в воде при 25°C: 714 - 833 г/дм<sup>3</sup>. Вещество стабильно в водных растворах.

Агрегатное состояние в воздухе рабочей зоны - аэрозоль и пары.

Область применения препарата

Поверхностно-активное вещество А-100 применяется в качестве добавки к гербициду на рисе НОМИНИ, СК (400 г/л), вносимому после появления всходов сорняков, для улучшения биологической эффективности препарата. А-100 уменьшает поверхностное натяжение наносимого раствора, тем самым обеспечивая образование

однородной пленки на поверхности листьев, что способствует лучшему прилипанию гербицида и ускорению проникновения его действующего вещества в сорные растения, в результате чего повышается скорость действия и эффективность гербицида.

Рекомендуемый ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) полиоксиэтилен додецилового эфира в воздухе рабочей зоны –  $10 \text{ мг/м}^3$ .

### 1. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей  $\pm 25\%$ , при доверительной вероятности 0,95.

### 2. Метод измерения

Измерения концентраций полиоксиэтилен додецилового эфира выполняются спектрофотометрическим методом, основанным на образовании извлекаемого бензолом комплексного соединения с роданидом калия и нитратом кобальта.

Отбор проб воздуха осуществляется концентрированием в дистиллированную воду.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы – 45 мкг.

Определению не мешают компоненты препаративной формы.

### 3. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

#### 3.1. Средства измерений

Спектрофотометр с переменной длиной волны, типа СФ- 46 (Россия) ГОСТ 15150

Весы аналитические ВЛА-200 ГОСТ 24104

Пробоотборное устройство ОП-442ТЦ (ЗАО "ОПТЭК", г.

Санкт-Петербург) или аспирационное устройство ЭА-1 ТУ 25-11-1414-78

Барометр-анероид М-67 ТУ 2504-1797-75

Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2, цена деления  $1^\circ\text{C}$ , пределы измерения  $0 - 55^\circ\text{C}$  ТУ 215-73Е

Колбы мерные вместимостью  $100 \text{ см}^3$  ГОСТ 1770

Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1.0, 2.0, 5.0,  $10 \text{ см}^3$  ГОСТ 29227

Допускается использование средств измерения с аналогичными или лучшими характеристиками.

### **3.2. Реактивы**

Препарат А-100, Ж (800 г/л), «Кумиан Кемикал Индастри Ко., Лтд», Япония

|  |           |
|--|-----------|
| Бензол, хч                               | ГОСТ 5955 |
| Вода дистиллированная                    | ГОСТ 6709 |
| Калий роданистый, хч                     | ГОСТ 4139 |
| Кобальт (II) азотнокислый, 6-водный, чда | ГОСТ 4528 |
| Натрий хлористый, хч                     | ГОСТ 4233 |

Допускается использование реактивов иных производителей с аналогичной или более высокой квалификацией.

### **3.3. Вспомогательные устройства, материалы**

|  |                  |
|--|------------------|
| Воронки конусные диаметром 30-37 мм  | ГОСТ 25336       |
| Груша резиновая  |                  |
| Поглотительные приборы Рыхтера   | ТУ 25-11-1081-75 |
| Пробирки центрифужные  | ГОСТ 25336       |
| Пробирки градуированные с пришлифованной пробкой, вместимостью 20-25 см <sup>3</sup> | ГОСТ 1770        |
| Стеклянные палочки   |                  |
| Центрифуга   |                  |

## **4. Требования безопасности**

4.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими, легковоспламеняющимися веществами по ГОСТу 12.1005-88.

4.2. При выполнении измерений с использованием спектрофотометра соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТом 12.1.019-79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

## **5. Требования к квалификации операторов**

К выполнению измерений допускают специалистов, имеющих квалификацию не ниже лаборанта-исследователя, с опытом работы на спектрофотометре.

## 6. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

- процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят при температуре воздуха  $(20 \pm 5)^{\circ}\text{C}$  и относительной влажности не более 80%.
- выполнение измерений на спектрофотометре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

## 7. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят приготовление растворов, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

### 7.1. Приготовление раствора реактива

В мерную колбу вместимостью  $100\text{ см}^3$  помещают 7,91 г роданида калия и 2,8 г азотнокислого кобальта, растворяют в  $60 - 70\text{ см}^3$  дистиллированной воды, доводят водой до метки, тщательно перемешивают.

### 7.2. Приготовление исходного раствора полиоксиэтилен додецилового эфира для градуировки с массовой концентрацией $9\text{ мг/см}^3$

В мерную колбу вместимостью  $100\text{ см}^3$  помещают 1,125 г препарата А-100, содержащего  $800\text{ г/дм}^3$  полиоксиэтилен додецилового эфира, доводят до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают. Раствор хранится при комнатной температуре не более месяца.

### 7.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности (единицы оптической плотности) от концентрации полиоксиэтилен додецилового эфира в растворе ( $\text{мкг/см}^3$ ), устанавливают методом абсолютной калибровки по 5-ти сериям растворов. Каждую серию, состоящую из 6-ти градуировочных растворов №№ 1-6, готовят в мерных колбах вместимостью  $100\text{ см}^3$ . В каждую колбу вносят исходный раствор для градуировки (приготовленный по п. 7.2) в соответствии с таблицей, доводят объем до метки дистиллированной водой и перемешивают. Растворы готовят в день проведения градуировки.

Растворы для установления градуировочной характеристики

| Номер раствора   | 1 | 2   | 3   | 4   | 5   | 6   |
|--|---|-----|-----|-----|-----|-----|
| Объем исходного раствора полиоксизтилен додецилового эфира с концентрацией $7 \text{ мг/см}^3$ , $\text{см}^3$ | 0 | 0,5 | 1,0 | 1,5 | 3   | 4   |
| Концентрация полиоксизтилен додецилового эфира в растворе, $\text{мкг/см}^3$                                   | - | 45  | 90  | 135 | 270 | 360 |

В градуированные пробирки вместимостью  $25 \text{ см}^3$  помещают по  $10 \text{ см}^3$  растворов (№№ 1 – 6) для установления градуировочной характеристики. В каждую пробирку вносят по  $3,8 \text{ г}$  хлористого натрия и  $1,5 \text{ см}^3$  раствора реактива, приготовленного по п. 7.1. Пробирки интенсивно встряхивают до полного растворения соли. Затем в каждую пробирку добавляют по  $4 \text{ см}^3$  бензола и снова интенсивно встряхивают в течение 2-х минут. После полного разделения фаз, верхний бензольный слой отбирают с помощью пипетки в центрифужные пробирки и центрифугируют в течение 5-ти минут при 3000 об/мин. Прозрачный раствор переносят в кюветы с толщиной поглощающего слоя  $10 \text{ мм}$  и фотометрируют при длине волны  $320 \text{ нм}$  относительно градуировочного раствора № 1. Окраска устойчива в течение 24-х часов.

Строят градуировочный график зависимости оптической плотности раствора (ед. ОП), или его пропускания (%), от концентрации полиоксизтилен додецилового эфира в растворе ( $\text{мкг/см}^3$ ).

Стабильность градуировочной характеристики проверяют ежедневно по анализу тех стандартных растворов различной концентрации. Если значения оптической плотности отличаются более, чем на 10% от данных, заложенных в градуировочную характеристику, ее строят заново, используя свежеприготовленные градуировочные растворы.

#### 7.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха проводят в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны».

В течение 15 минут отбирают 2-е параллельные пробы, для чего воздух аспирируют с объемным расходом  $3 \text{ дм}^3/\text{мин}$  через 2 поглотительных сосуда Рыхтера, заполненные  $5 \text{ см}^3$  дистиллированной воды, установленные параллельно.

Для измерения концентрации полиоксиэтилен додецилового эфира на уровне 0,5 ОБУВ воздуха рабочей зоны необходимо отобрать 90 дм<sup>3</sup> воздуха (две параллельные пробы по 45 дм<sup>3</sup> воздуха). Срок хранения отобранных проб при комнатной температуре 2 дня.

## 8. Выполнение измерений

Содержимое поглотительных сосудов 2-х параллельных проб объединяют в градуированной пробирке вместимостью 20 – 25 см<sup>3</sup>. В каждую пробирку вносят по 3.8 г хлористого натрия и 1.5 см<sup>3</sup> раствора реактива, приготовленного по п. 7.1. Пробирки интенсивно встряхивают до полного растворения соли. Затем в каждую пробирку добавляют по 4 см<sup>3</sup> бензола и снова интенсивно встряхивают в течение 2-х минут. После полного разделения фаз, верхний бензольный слой отбирают с помощью пипетки в центрифужные пробирки и центрифугируют в течение 5-ти минут при 3000 об/мин. Прозрачный раствор переносят в кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм и фотометрируют при длине волны 320 нм относительно градуировочного раствора № 1, приготовленного одновременно с пробой.

Устанавливают интенсивность поглощения, с помощью градуировочного графика определяют концентрацию полиоксиэтилен додецилового эфира в растворе пробы.

Пробы, имеющие поглощение большее, чем градуировочный раствор с концентрацией полиоксиэтилен додецилового эфира 360 мкг/см<sup>3</sup>, разбавляют бензолом.

## 9. Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию полиоксиэтилен додецилового эфира в пробе воздуха рабочей зоны  $X$ , мг/м<sup>3</sup>, рассчитывают по формуле:

$$X = C \cdot W_0 / V_{20}, \text{ где}$$

$X$  - содержание полиоксиэтилен додецилового эфира в пробе воздуха, мг/м<sup>3</sup>;

$C$  - концентрация полиоксиэтилен додецилового эфира в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мкг/см<sup>3</sup>;

$W_0$  - объем раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$V_{20}$  - объем пробы воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям (давление 760 мм рт. ст., температура 20 °С),  $\text{дм}^3$ .

$$V_{20} = 0,386 \cdot P \cdot ut / (273 + T),$$

где  $T$  - температура воздуха при отборе пробы (на входе в аспиратор), град.С,

$P$  - атмосферное давление при отборе пробы, мм рт.ст.

$u$  - расход воздуха при отборе пробы,  $\text{дм}^3/\text{мин}$ ,

$t$  - длительность отбора пробы, мин.

### 10. Оформление результатов измерений

Результат количественного анализа представляют в виде:

- результат анализа  $X$  ( $\text{мг}/\text{м}^3$ ), характеристика погрешности  $\delta$ , %,  $P = 0,95$  или

$X \pm \Delta$   $\text{мг}/\text{м}^3$ ,  $P = 0,95$ , где

$$\Delta = \frac{\delta \cdot X}{100}, \text{ мг}/\text{м}^3$$

Результат измерений должен иметь тот же десятичный разряд, что и погрешность.

### 11. Контроль погрешности измерений

Оперативный контроль погрешности и воспроизводимости измерений осуществляется в соответствии с рекомендациями МИ 2335-95. ГСИ. Внутренний контроль качества результатов количественного химического анализа.

### 12. Разработчики

Юдина Т.В., Федорова Н.Е., Рогачева С.К. (Федеральный научный центр гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана, г. Мытищи Московской обл.).