

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

**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

ИЗ7

ИЗ7 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. **Максеева** (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

**Газохроматографическое измерение массовых
концентраций 2-метил-4-оксо-3-(2-пропенил)-циклопент-
2-енил-2,2-диметил-3-(2-метил-1-пропенил)-циклопропан
карбоната (этока) в воздухе рабочей зоны**

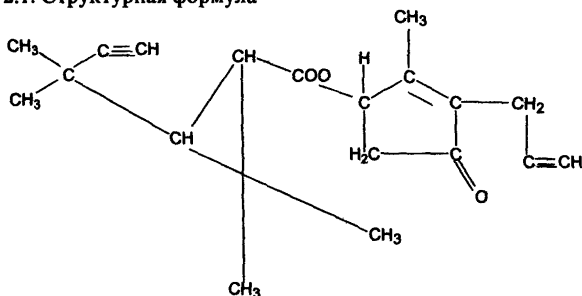
**Методические указания
МУК 4.1.1363—03**

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный анализ воздуха рабочей зоны на содержание этока газохроматографическим методом в диапазоне концентраций 0,25—2,5 мг/м³.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула C₁₉H₂₄O₃.

2.3. Молекулярная масса 300,4.

2.4. Регистрационный номер CAS 23031-36-9.

2.5. Физико-химические свойства.

Эток – маслянистая жидкость темно-коричневого цвета, без запаха, $T_{кип}$ 313,5 °С, давление пара $3,5 \times 10^{-5}$ мм рт. ст. (при 20 °С), плотность $d_{4^{20}} = 1,0005$, слабо растворим в воде, хорошо растворим в ацетоне, хлороформе, этаноле и других органических растворителях.

Агрегатное состояние в воздухе – пары и аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Эток является нейротоксическим ядом.

Класс опасности – второй.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) этока в воздухе рабочей зоны 0,5 мг/м³.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений этока с погрешностью, не превышающей $\pm 15\%$ при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации этока выполняют газохроматографическим методом с использованием пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб проводят с концентрированием.

Нижний предел измерения содержания этока в анализируемом объеме пробы – 0,01 мкг.

Нижний предел измерения концентрации этока в воздухе 0,25 мг/м³ (при отборе 20 дм³ воздуха).

Измерению не мешает сопутствующее вещество – аллетрин.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Газовый хроматограф 3700 ДИП

Колонка хроматографическая

стальная 3 м x 0,2 см, заполненная

хроматоном NAW с 5 % SE-30
(размер частиц 0,2—0,25 мкм)

Аспирационное устройство
модель 822

Фильтродержатель

Фильтры АФА-ВП-10

Весы аналитические ВЛР-200

Колбы мерные, вместимостью 25 см³

Стаканы химические,
вместимостью 25 см³

Пипетки, вместимостью 1,2,5 и 10 см³

Пробирки колориметрические,
вместимостью 10 см³

Ротационный испаритель ИР-1М
с набором колб

Поглотительные приборы Рихтера

Микрошприц МШ-10,
вместимостью 10 мм³

ГОСТ 2.6.01—86

ТУ 95-72-05—77

ТУ 95-743—80

ГОСТ 24104—88Е

ГОСТ 1770—74Е

ГОСТ 25336—82Е

ГОСТ 29227—91

ГОСТ 25336-82Е

ТУ 25-11-917—76

ГОСТ 6755—73

ГОСТ 8043—74

5.2. Реактивы

Эток — продукт фирмы
«Sumitomo chemical» Японии,
с содержанием основного вещества
не менее 90 %, сертификационный
№ LO — 91082В

Хлороформ, хч

Спирт этиловый, ректификат

ТУ 6-09-4263—76

ГОСТ 5963—76

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 легко воспламеняющимися 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 газового хроматографа соблюдают правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкцией по эксплуатации прибора.

6.4. При работе с газами, находящимися в баллонах под давлением до 15 МПа (150 кгf/cm²) необходимо соблюдать «Правила устройства и безопасной эксплуатации стационарных компрессорных установок воздухопроводов и газопроводов при давлении до 15 МПа (150 кгf/cm²), а также «Правила устройства и безопасной эксплуатации сосудов, работающих под давлением». Запрещается открывать вентиль баллона, не установив на нем понижающий редуктор (ПБ-10-115—96), утверждено постановлением Госгортехнадзора России 18.04.95 № 20, ГОСТ 12.2.085.

7. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются лица с высшим и средним специальным образованием, прошедшие обучение работе на газовом хроматографе.

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 газовом хроматографе проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

9. Подготовка к выполнению измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление растворов, подготовку хроматографа, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Основной стандартный раствор этока в хлороформе готовят следующим образом: во взвешенную мерную колбу вместимостью 25 см³, вносят 1—2 капли этока и снова взвешивают. Объем в колбе доводят до метки хлороформом. Рассчитывают содержание этока в 1 см³ (с учетом содержания основного вещества). Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.1.2. Стандартный раствор № 1 с концентрацией этока 1 000 мкг/см³ готовят соответствующим разбавлением основного

стандартного раствора хлороформом. Раствор устойчив при хранении в холодильнике в течение недели.

9.1.3. Градуировочные растворы с концентрацией этока от 10 мкг/см³ до 100 мкг/см³ готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 хлороформом. Растворы устойчивы при хранении в холодильнике в течение недели.

9.2. Подготовка прибора

9.2.1. Подготовку газового хроматографа проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.2.2. Хроматографическую стальную колонку механически заполняют готовой насадкой Хроматонем NAW с 5 % SE-30 с применением вакуума.

Колонку устанавливают в термостат и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют в токе газа-носителя (азота) в течение 24 ч повышая температуру от 60 до 250 °С, со скоростью 1 °С/мин. После этого колонку присоединяют к детектору и продолжают кондиционировать до стабилизации нулевой линии при максимальной чувствительности прибора.

9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику этока устанавливают методом абсолютной градуировки. Для этого вводят в хроматограф по 1 мм³ каждого градуировочного раствора.

Градуировочный график строят в координатах: количество введенного этока (мкг) – площадь пиков (мм²). Градуировку выполняют по 6 точкам, проводя 5 параллельных измерений для каждой концентрации согласно табл. 1.

Таблица 1
Растворы для установления градуировочной характеристики при определении этока

Стандартный раствор этока, № 1, см ³	Хлороформ, см ³	Концентрация этока в градуировочном растворе, мкг/см ³	Содержание этока в хроматографируемом объеме, мкг
0,25	24,75	10	0,01
0,5	24,5	20	0,02
1,0	24,0	40	0,04
1,25	23,75	50	0,05
2,0	23,0	80	0,08
2,5	22,5	100	0,1

Условия проведения анализа градуировочных растворов и анализируемых проб:

температура термостата колонки	180 °С;
температура испарителя	250 °С;
температура термостата детектора	250 °С;
скорость потока газа-носителя азота	30 см ³ /мин;
скорость потока водорода	30 см ³ /мин;
скорость потока воздуха	300 см ³ /мин;
скорость движения диаграммной ленты	180 см/мин;
объем вводимой пробы	1 мм ³ ;
время удерживания элюата	6 мин 15 с.

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

9.4. Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 2 дм³/мин аспирируют через последовательно соединенные фильтр АФА-ВП-10, помещенный в фильтродержатель, и поглотительный прибор Рихтера, содержащий 5 см³ этанола, при охлаждении смесью измельченного льда с хлоридом натрия. Для измерения 1/2 ПДК элюата следует отобрать 20 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 дважды экстрагируют этанолом по 5 см³. Экстракты объединяют. Степень десорбции элюата с фильтра 97 %. Экстракт объединяют с пробой из поглотительного прибора, переносят в остродонную колбу со шлифом. Колбу присоединяют к ротационному испарителю и при Т 40 °С отгоняют этанол. Сухой остаток в колбе растворяют в 0,5 см³ хлороформа. Хроматографический анализ проб выполняют в тех же условиях, что и хроматографирование градуировочных растворов.

Количественное содержание элюата в хроматографируемом объеме (мкг) определяют по предварительно построенному градуировочному графику.

11. Вычисление результатов измерения

Концентрацию элюата в воздухе (С, мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot x \cdot v}{b \cdot x \cdot V}, \text{ где}$$

a – содержание этока в хроматографируемом объеме, найденное по градуировочному графику, мкг;

v – общий объем раствора пробы, мм³;

b – 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 $\Delta = 0,02 + 0,15C$ 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 этока, мг/м ³	Наименование метрологической характеристики		
	характеристика погрешности Δ , мг/м ³ , $P=0,95$	норматив оперативного контроля погрешности, K , мг/м ³ ($P=0,90$, $m=3$)	норматив оперативного контроля воспроизводимости, D , мг/м ³ ($P=0,95$, $m=2$)
0,25—2,5	0,02 + 0,15C	0,027 + 0,19C	0,042 + 0,33C

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 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:

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

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.

$$K = 0,027 + 0,19C \text{ мг/м}^3$$

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 объединенные экстракт фильтра делят на две равные части и анализируют в точном соот-

ветствии 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:

$$|C_1 - C_2| \leq D, \text{ где}$$

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.

$$D = 0,042 + 0,33C \text{ мг/м}^3$$

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).

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, дм³;

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 P, кПа/мм рт. ст.										
° C	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	1,0936	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. триметилпропан 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

Тираж 500 экз.

Печ. л. 11,0

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**