

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», дополнения 2,3,4,6 к ним и дополнения 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 панкреатина в воздухе рабочей зоны**

**Методические указания
МУК 4.1.1364—03**

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный анализ воздуха рабочей зоны на содержание панкреатина спектрофотометрическим методом в диапазоне концентраций 0,5–5,0 мг/м³.

2. Характеристика вещества

- 2.1. Структурная формула не установлена.
- 2.2. Регистрационный номер CAS 8049-47-6.
- 2.3. Физико-химические свойства.

Панкреатин – высокомолекулярный ферментный препарат из поджелудочных желез убойного скота – порошок от светло-желтого до темно-желтого цвета с кремоватым оттенком или светло-серого цвета с желтоватым оттенком.

Трудно растворим в воде (растворим в воде с использованием магнитной электромешалки), не растворим в этаноле.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

- 2.4. Токсикологическая характеристика.

Обладает аллергенным действием.

Класс опасности – второй.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) панкреатина в воздухе рабочей зоны 1,0 мг/м³.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей $\pm 15,5\%$ при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации панкреатина выполняют методом спектрофотометрии.

Метод основан на измерении светопоглощения водных растворов панкреатина при длине волны 245 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием.

Нижний предел измерения содержания панкреатина в фотометрируемом объеме – 500 мкг.

Нижний предел измерения концентрации панкреатина в воздухе 0,5 мг/м³ (при отборе 1 000 дм³ воздуха).

Метод селективен в производстве панкреатина на стадиях сушки, просеивания, фасовки.

Присутствие других веществ в воздухе рабочей зоны на этих стадиях производства исключено.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Спектрофотометр марки СФ-46

Аспирационное устройство,
марки ЭА-1

ОСТ 95.10052—84

Фильтродержатель с
металлической сеткой

ТУ 95-72-05—77

Колбы мерные, вместимостью
25 см³ и 50 см³

ГОСТ 1770—74Е

Пипетки, вместимостью 1, 5 и 10 см³

ГОСТ 29227—91

Весы аналитические лабораторные
ВЛА-200

ГОСТ 24104—88Е

Кюветы с толщиной оптического
слоя 10 мм

Фильтры АФА-ВП-10

ТУ 95-743—80

Пробирки колориметрические,
емкостью 5, 10 см³

ГОСТ 25336—82Е

Стаканы химические,
емкостью 25 см³

ГОСТ 239-32—79

Магнитная электромешалка,
марки ММЗМ

5.2. Реактивы, растворы

Панкреатин – ФС 42-2647—98,
с содержанием основного вещества
не менее 98,5 %

Вода дистиллированная

ГОСТ 6709—72

Допускается применение иных средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов, обеспечивающих показатели точности, установленные для данной МВИ.

6. Требования безопасности

6.1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работ с токсичными, едкими и легко воспламеняющимися по ГОСТ 12.1.005—88.

6.2. При проведении анализа горючих и вредных веществ должны соблюдаться меры 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 операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим и среднеспециальным образованием, имеющих навыки работы на спектрофотометре.

8. Условия измерений

8.1. Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях при температуре воздуха $(20 \pm 5) ^\circ\text{C}$, 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. Основной стандартный раствор панкреатина с концентрацией 1 000 мкг/см³ готовят следующим образом: 25 мг панкреатина помещают в химический стакан вместимостью 50 см³, добавляют 20 см³ воды и помещают на магнитную электромешалку на 30 мин (до полного растворения панкреатина). Затем раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 25 см³ и доводят объем до метки водой.

Раствор устойчив в течение суток при хранении в холодильнике.

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

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении панкреатина

№ стандарта	Основной стандартный раствор, см ³	Вода, см ³	Содержание панкреатина в градуировочном растворе, мкг
1	0	5,0	0
2	0,5	4,5	500
3	0,7	4,3	700
4	0,8	4,2	800
5	1,0	4,0	1000
6	2,0	3,0	2000
7	4,0	2,0	4000
8	5,0	0	5000

Градуировочные растворы устойчивы 30 мин.

Подготовленные градуировочные растворы перемешивают и измеряют оптическую плотность растворов в кюветках с толщиной оптического слоя 10 мм при длине волны 245 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).

Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в 3 месяца или в случае изменения условий анализа.

9.4. Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 50 дм³/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, помещенный в фильтродержатель, снабженный металлической сеткой. Для измерения 1/2 ПДК панкреатина необходимо отобрать 1 000 дм³ воздуха. Срок хранения отобранной пробы 7 дней.

10. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в химический стакан и заливают 5 см³ воды и ставят на магнитную электромешалку на 30 мин. Степень десорбции с фильтра 98 %.

Затем фильтр отжимают и удаляют. Полученный раствор переносят в мерную пробирку, вместимостью 5 см³ и доводят до метки водой.

Оптическую плотность анализируемого раствора пробы измеряют аналогично градуировочным растворам по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробе, используя чистый фильтр.

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

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию панкреатина в воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a}{V}, \text{ где}$$

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

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

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа панкреатина представляют в виде:

$$C \pm 0,01 \cdot \delta_x \cdot C, \text{ мг/м}^3, P = 0,95, \text{ где}$$

δ_x – характеристика погрешности.

C – значение массовой концентрации анализируемого компонента в пробе.

13. Контроль погрешности методики КХА

Таблица 2

Значения характеристики погрешности, норматива оперативного контроля погрешности и норматива оперативного контроля воспроизводимости

Диапазон определяемых массовых концентраций панкреатина мг/м ³	Наименование метрологической характеристики		
	границы относительной погрешности $\pm \delta_x \%$, $P = 0,95$	норматив оперативного контроля воспроизводимости, $D, \%$, $(P=0,95) m=2$	норматив оперативного контроля погрешности, $K, \%$, $(P=0,90) m=3$
0,5—5,0	15,5	18,4	18,6

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, превышающую допускаемые расхождения между результатами анализа:

$$2|C_1 - C_2| \leq 0,01D \cdot |C_1 + C_2|, \text{ где}$$

C_1 – результат анализа рабочей пробы;

C_2 – результат анализа этой же пробы, в условиях межлабораторной воспроизводимости;

D – допустимые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы, табл. 2.

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости эксперимент повторяют. При повторном превышении указанного норматива, D , 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 для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Отобранный объем 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 превышать 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:

$$|C_3 - C_2 - X| + |2C_2 - C_1| < 0,01 K \cdot C_1, \text{ где}$$

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, табл. 2.

14. Нормы затрат времени на анализ

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

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

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

° С	Давление P, кПа/мм рт. ст.									
	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

**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

**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**