УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации,
Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
29 июня 2003 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Спектрофотометрическое измерение массовых концентраций сольвессо-100 в воздухе рабочей зоны

Методические указания МУК 4.1.1636—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный спектрофотометрический анализ воздуха рабочей зоны на содержание сольвессо-100 в диапазоне массовых концентраций 5,0—50,0 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Продукт представляет собой смесь производных бензола.
Состав вещества:
диметилбензол – 0,4 %;
1,2,3-триметилбензол – 2,7 %;
1,2,4-триметилбензол – 29,5 %;
1,2,5-триметилбензол – 9,4 %;
1,2,3,5-тетраметилбензол – 0,2 %;
этилбензол – 0,2 %;
1,2-диэтилбензол – 0,4 %;
1,3-диэтилбензол – 1,6 %;
1,4-диэтилбензол – 0,8 %;
2-этилтолуол – 8,2 %;
3-этилтолуол – 23,9 %;
4-этилтолуол – 5,5 %;
диметилэтилбензол – 1,5 %;
3,5-диметилэтилбензол – 0,3 %;
пропилбензол – 5,7 %;
изопропилбензол – 1,3 %;

бутилбензол – 1,3 %;
3-метилпропилбензол – 0,9 %;
3-метилизопропилбензол – 2,9 %;
4-метилизопропилбензол – 2,5 %;
индан – 0,8 %.

2.2. Физико-химические свойства.

Сольвессо-100 – бесцветная, прозрачная жидкость, с характерным запахом, хорошо растворима в этаноле, хлороформе, гексане и других органических растворителях, плохо – в воде. $T_{кип}$ = 155—181 °С.

Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.3. Токсикологическая характеристика.

Обладает слабым раздражающим действием на оболочки глаз и умеренным – на кожные покровы.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) сольвессо-100 в воздухе рабочей зоны – 10,0 мг/м^3.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений сольвессо-100 с относительной погрешностью, не превышающей ± 21 %, при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации сольвессо-100 выполняют методом спектрофотометрии. Метод основан на способности растворов сольвессо-100 в этаноле поглощать свет в УФ-области спектра.

Измерение проводят при длине волны – 220 нм. Отбор проб проводится с концентрированием.

Нижний предел измерения содержания сольвессо-100 в анализируемом объеме – 50 мкг.

Нижний предел измерения концентрации сольвессо-100 в воздухе – 5,0 мг/м^3 (при отборе 10 дм^3 воздуха).

Определению не мешают сопутствующие вещества: уксусная кислота, этанол, гексан, этилацетат, метанол.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

Спектрофотометр марки СФ-46
Аспирационное устройство марки 822 ГОСТ 2.6.01—86

Колбы мерные, вместимостью 100 см^3	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки, вместимостью 1,5 и 10 см^3	ГОСТ 29227—91
Весы аналитические лабораторные ВЛА-200	ГОСТ 24104—88Е
Кюветы с толщиной оптического слоя 10 мм	
Поглотители Рыхтера	ГОСТ 6755—73
Пробирки колориметрические, вместимостью 20 см^3	ГОСТ 25336—82Е

5.2. Реактивы

Сольвессо-100 – многокомпонентная смесь постоянного состава. Процентный состав компонентов смеси определен СОБ SDS С-00030. Содержание основного вещества (1,2,4-триметилбензол) – 29,5 %	
Спирт этиловый, хч	ГОСТ 5962—67

Допускается применение иных средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов 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 требования 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 результатов допускаются лица с высшим или среднеспециальным 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, подготовку спектрофотометра, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

9.1.1. Стандартный раствор сольвессо-100 № 1 готовят следующим образом. Во взвешенную мерную колбу вместимостью 25 $см^3$ с 5 $см^3$ этанола вносят 1—2 капли сольвессо-100 и снова взвешивают. Объем в колбе доводят до метки этанолом. По разности двух взвешиваний вычисляют навеску вещества и рассчитывают содержание сольвессо-100 в 1 $см^3$ раствора, учитывая содержание основного вещества. Раствор устойчив в течение 2 недель при хранении в холодильнике.

9.1.2. Стандартный раствор № 2 с концентрацией вещества *100 мкг/см*^{3} готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 этанолом. Раствор устойчив три дня 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 растворов от массы сольвессо-100, устанавливают по шести сериям растворов из пяти параллельных определений для каждой серии, согласно табл. 1.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении сольвессо-100

№ стандарта	Стандартный раствор сольвессо-100 № 2, $см^3$	Этанол, $см^3$	Содержание сольвессо-100 в градуировочном растворе, мкг
1	0,0	5,0	0
2	0,5	4,5	50
3	1,0	4,0	100
4	2,0	3,0	200
5	3,0	2,0	300
6	4,0	1,0	400
7	5,0	0	500

Градуировочные растворы устойчивы в течение 6 ч.

Приготовленные градуировочные растворы перемешивают и через пять минут измеряют оптическую плотность при длине волны 220 нм. Измерение проводят в кюветах с толщиной оптического слоя 10 мм 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 три месяца или в случае использования новой партии реактивов, изменения условий анализа, после ремонта прибора.

9.4. Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 1 дм^3/мин аспирируют через поглотительный прибор Рыхтера с 5 см^3 этанола. Поглотительный прибор во время отбора пробы помещают в охлаждающую смесь измельченного льда с хлористым натрием. Для измерения ½ ОБУВ сольвессо-100 необходимо отобрать 10 дм^3 воздуха.

Пробы хранятся в холодильнике в бюксах с притертыми пробками. Срок хранения – не более 7 суток.

10. Выполнение измерения

После отбора пробы содержимое поглотительного прибора переливают в пробирку, прибор ополаскивают этанолом и доводят объем в пробирке до 5 см^3.

Оптическую плотность полученного анализируемого раствора пробы измеряют аналогично градуировочным растворам по отношению к раствору сравнения.

Количественное определение содержания сольвессо-100 (мкг) в анализируемом объеме пробы проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

11. Вычисление результатов измерения

Массовую концентрацию сольвессо-100 в воздухе (C, мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a}{V}, \text{ где}$$

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

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

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа сольвессо-100 представляют в виде ($C \pm 0{,}01\ \delta_\Sigma \cdot C$) мг/м^3, $P = 0{,}95$, где δ_Σ – 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 массовых концентраций сольвессо-100, мг/м^3	Наименование метрологической характеристики		
	Границы относительной погрешности, $\pm\delta_\Sigma$, % ($P = 0{,}95$)	Норматив оперативного контроля воспроизводимости, D, % ($P = 0{,}95$, $m = 2$)	Норматив оперативного контроля погрешности, K, % ($P = 0{,}90$, $m = 3$)
5,0—50,0	21,0	25,0	25,0

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. После отбора пробы раствор из поглотителя 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:

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

C_1 – результат анализа рабочей пробы;

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

D – допустимые расхождения между результатами 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 обьему, необходимому для проведения анализа по методике. После отбора пробы раствор из поглотителя 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:

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

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. Рыжов).