Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний МУК 4.1.1922—4.1.1934—04

Выпуск 47

Издание официальное

Москва • 2005

gost.e-ecolog.ru

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 2-[4-метокси-6-метил-1,3,5-триазин-2-ил (метил) карбамоилсульфамоил] бензойной кислоты (трибенуронметила) в воздухе рабочей зоны

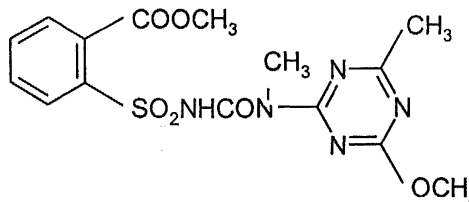
Методические указания МУК 4.1.1729—03

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный спектрофотометрический анализ воздуха рабочей зоны на содержание трибенуронметила в диапазоне массовых концентраций от 0,5 до 5,0 мг/м^3.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2. Эмпирическая формула $C_{15}H_{17}N_5O_6S$.

2.3. Молекулярная масса 395,27.

2.4. Регистрационный номер CAS 101200-48-0.

2.5. Физико-химические свойства.

Трибенуронметил – кристаллический порошок белого цвета, без запаха.

Давление паров 2,7 10^{-7} мм рт. ст. при 25 °С.

Растворимость в воде 2 040 мг/дм^3 (при pH 7,0).

Растворим в ацетоне, ацетонитриле, этилацетате, тетрахлориде углерода, метаноле.

Температура плавления 141°С.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика.

Обладает слабым общетоксическим действием.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) трибенуронметила в воздухе рабочей зоны 1,0 мг/м^3.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений трибенуронметила с погрешностью, не превышающей ± 17,0 %, при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации трибенуронметила выполняют методом спектрофотометрии.

Метод основан на способности растворов трибенуронметила в этаноле поглощать УФ-излучение.

Измерение проводят при длине волны 245 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания трибенуронметила в анализируемом объеме пробы – 10 мкг.

Нижний предел измерения концентрации трибенуронметила в воздухе 0,5 мг/м^3 (при отборе 20 дм^3 воздуха).

Метод специфичен при производстве пестицидов Ларен и Гранстар на участке загрузки сырья, где по условиям технологического процесса наличие сопутствующих веществ в воздухе рабочей зоны 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 822	ГОСТ 2.6.01—86
Фильтродержатель	ТУ 95.72.05—77
Колбы мерные, вместимостью 25 $см^3$	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки, вместимостью 0,1, 1, 5 и 10 $см^3$	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, вместимостью 10 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Бюксы, вместимостью 25 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Стеклянные палочки	ГОСТ 25336—82Е

5.2. Реактивы

Трибенуронметил, с содержанием основного вещества не менее 95,0 %, MSDS-B10044338	
Этиловый спирт (этанол), ректификат, 96 %-й	ГОСТ 8314—77

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—91.

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 допускаются лица с высшим или среднеспециальным образованием, имеющие навыки работы на спектрофотометре.

8. Условия измерений

8.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят в нормальных условиях при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении 84,0—106,0 кПа и относительной 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. *Основной стандартный раствор* трибенуронметила с концентрацией 1 мг/см^3 готовят растворением 26,3 мг трибенуронметила в этаноле в мерной колбе вместимостью 25 см^3. Раствор устойчив в течение недели при хранении в холодильнике.

9.1.2. *Стандартный раствор № 1* с концентрацией 100 мгк/см^3 готовят разведением 2,5 см^3 основного раствора этанолом в мерной колбе, вместимостью 25 см^3. Раствор устойчив при хранении в холодильнике в течение недели.

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 трибенуронметила, устанавливают по 6 сериям растворов из 5 параллельных определений для каждой серии согласно табл. 1.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении трибенуронметила

Номер стандарта	Стандартный раствор трибенуронметила № 1, $см^3$	Этанол, $см^3$	Содержание трибенуронметила в градуировочном растворе, мкг
1	0	5,0	0
2	0,1	4,9	10,0
3	0,2	4,8	20,0
4	0,3	4,7	30,0
5	0,6	4,4	60,0
6	1,0	4,0	100,0

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

Градуировочные растворы устойчивы в течение часа.

Измеряют оптическую плотность растворов в кюветах 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 трибенуронметила в градуировочном растворе (мкг).

9.4. Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 5 $дм^3$/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, помещенный в фильтродержатель. Для измерения $^1/_2$ ОБУВ трибенуронметила необходимо отобрать 20 $дм^3$ воздуха.

Отобранные пробы могут храниться в течение месяца в пробирках с притертыми пробками.

10. Выполнение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в бюксу вместимостью 25 см^3 и заливают 5 см^3 этанола.

Оставляют на 10 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Степень десорбции трибенуронметила с фильтра 98 %. Затем фильтр отжимают и удаляют.

Объем раствора доводят до 5 см^3 этанолом.

Оптическую плотность анализируемых растворов измеряют в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 245 нм по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробам, используя чистый фильтр.

Количественное определение содержания трибенуронметила в анализируемом растворе (мкг) определяют по предварительно построенному градуировочному графику.

11. Вычисление результатов измерения

Массовую концентрацию трибенуронметила (C, мг/м^3) в воздухе 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 (дм^3), отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям (прилож. 1).

12. Оформление результатов анализа

Результат количественного анализа трибенуронметила представляют в виде ($C \pm \Delta$) мг/м^3, $P = 0{,}95$. Значение $\Delta = 0{,}039 + 0{,}17C$, где Δ – характеристика погрешности, C – массовая концентрация анализируемого компонента.

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 трибенуронметила, 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, $Д$, мг/м^3 (P = 0,95; m = 2)
0,5—5.0	0,039 + 0,17С	0,018 + 0,18С	0,15 + 0,3 2С

Метрологические характеристики приведены в виде зависимости от значения массовой концентрации анализируемдго 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. После отбора пробы экстракт с фильтра 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 более чем на величину допускаемых расхождений между результатами анализа:

$$|C_1 - C_2| \le D, \text{ где}$$

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,

$$D = 0{,}15+0{,}32C, \text{ где}$$

C – массовая концентрация анализируемого компонента в пробе.

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. 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:

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

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.

$$K = 0{,}018 + 0{,}18C$$

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 1 ч.

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

Приложение 1

Приведение объема воздуха к стандартным условиям

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 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, дм^3;

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.

Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

	Давление Р, кПа/мм рт. ст.									
t° С	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	1,0986	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. Димезон S	74
2. Индометацин	170
3. Имипротрин	97
4. Метомил	138
5. Метсульфурон-метил	146
6. Мирамистин	80
7. Ортофталевый альдегид	21
8. Пероксигидрат фторида калия	113
9. Перфтор-2-метил-3-окса-октановая кислота	162
10. Сульфенамид Т	88
11. Супражил $^{MNS}/_{90}$	121
12. Супражил WP	37
13. Тетраацетилэтилендиамин	29
14. Трибенуронметил	154
15. Хладон 227-еа	64
16. Цетилпиридиний хлорид моногидрат	45
17. Циклобутанкарбонитрил	129
18. Щавелевая кислота дигидрат	178
19. Этиленмочевина	105

gost.e-ecolog.ru