Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.2441—4.1.2449—09

Выпуск 50

Издание официальное

Москва
2009

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации,
Г. Г. Онищенко
27 января 2009 г.
Дата введения: с 19 апреля 2009 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентрации 2,3,5,6-тетрафлуоробензил(1R, 3RS)-3-(2,2-дихлорвинил)-2,2-диметилциклопропан-карбоксилата (трансфлутрин, байотрин, бенфлутрин) в воздухе рабочей зоны спектрофотометрическим методом

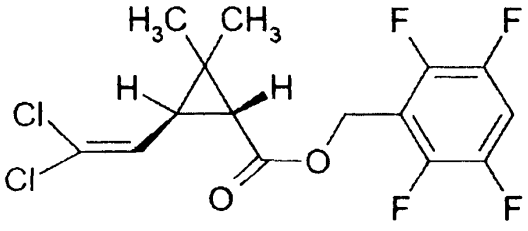
Методические указания
МУК 4.1.2447—09

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем трансфлутрина спектрофотометрическим методом в диапазоне массовых концентрации от 0,5 мг/м³ до 6,5 мг/м³.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула



2.2 Эмпирическая формула $C_{15}H_{12}Cl_2F_4O_2$
2.3 Молекулярная масса 371,2
2.4 Регистрационный номер CAS 118712-89-3

2.5 Физико-химические свойства

Трансфлутрин – бесцветные или слегка желтоватые кристаллы, со слабым специфическим запахом, температура кипения 135 °С (при 0,1 мм рт. ст.), температура плавления 32 °С, удельный вес 1,507 г/см³, растворимость в воде $5,7 \times 10^{-2}$ мг/дм³, хорошо растворим в ацетонитриле, метаноле, этаноле, ацетоне.

Агрегатное состояние в воздухе – пары + аэрозоль.

2.6. Токсикологическая характеристика

Трансфлутрин обладает общетоксическим действием.

Ориентировочный безопасный уровень воздействия (ОБУВ) трансфлутрина в воздухе рабочей зоны 1,0 мг/м³.

3. Метрологические характеристики

При соблюдении всех регламентированных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой значе-

Таблица 1

Значения погрешности и её составляющие результатов измерений

Диапазон измерений массовой концентрации трансфлутрина, мг/м³	Показатель точности (границы относительной погрешности) ±δ, %, При P = 0,95	Показатель повторяемости (относительное среднеквадратическое отклонение повторяемости), σ_r, %	Показатель воспроизводимости (относительное среднеквадратическое отклонение воспроизводимости), σ_R, %	Предел повторяемости, r, %, отн. P = 0,95, n = 2	Пределвоспроизводимости, r, %, отн.
От 0,5 до 5 вкл	21	7	10	19	27,7
Св. 5,0 до 10 вкл.	11	3	5	8	5,5

ние погрешности и ее составляющих результатов измерений, не превышают значений, приведенных в табл. 1, для соответствующих диапазонов измерений.

4 Метод измерений

Измерение массовой концентрации трансфлутрина выполняют методом спектрофотометрии.

Метод основан на способности растворов трансфлутрина в этаноле поглощать свет в ультрафиолетовой области спектра.

Измерение проводят при длине волны 220 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр и в поглотительный раствор.

Нижний предел измерений содержания трансфлутрина в анализируемом объеме пробы – 10 мкг

Нижний предел измерений массовой концентрации трансфлутрина в воздухе 0,5 мг/м³ (при отборе 20 дм³ воздуха).

Метод специфичен в условиях приготовления инсектицидных препаратов на основе трансфлутрина. Измерению не мешают изопарафиновые углеводороды, этанол.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы и реактивы

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

5.1 Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы

5.1.1. Спектрофотометр марки СФ-26, предел допускаемого значения абсолютной погрешности 1 %, рабочий диапазон длин волн 190—1100 нм.	
5.1.2. Аспирационное устройство модель 822	ГОСТ Р51945—2002
5.1.3. Весы лабораторные ВЛР-200	ГОСТ 24104—2001
5.1.4. Колбы мерные 2-25-2, 2-100-2	ГОСТ 1770—74
5.1.5. Пипетки 1-1-2-1; 1-1-2-2; 1-2-2-5; 1-2-2-10	ГОСТ 29227—91
5.1.6. Стаканчик СВ 19/9 (бюкс)	ГОСТ 25336—82
5.1.7. Пробирки с притертыми пробками, П4-10-14/23ХС	ГОСТ 25336—82

5.1.8. Поглотительные приборы Рыхтера	ГОСТ 6755—73
5.1.9. Кюветы кварцевые с толщиной оптического слоя 10 мм.	
5.1.10. Фильтродержатель	ТУ 7205—77
5.1.11. Фильтры АФА-ХА-20	ТУ 95-1892—89

5.2. Реактивы

5.2.1. Трансфлутрин с содержанием основного вещества 96,8%, Jiangsu Yangnong Chemical Co, Ltd, China, стандартный образец предприятия № 20060101	
5.2.2 Этиловый спирт ректификат (этанол) с массовой долей 96%	ГОСТ 8314—77

Примечание. Допускается применение других средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками не хуже приведенных 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 соблюдают требования противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004—91 и должны быть в наличии средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009—90.

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 полученных результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы оперативного контроля при выполнении процедур контроля погрешности анализа.

8. Условия измерений

8.1. Приготовление растворов и подготовку проб к анализу проводят при следующих условиях

температура воздуха	(20 ± 5) °С
атмосферное давление	(84—10⁶) кПа
относительная влажность 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 Приготовление основного стандартного раствора трансфлутрина

Основной стандартный раствор трансфлутрина с концентрацией 1,0 мг/см3 готовят растворением точной навески 25,8 мг трансфлутрина (с учетом содержания основного вещества) в мерной колбе вместимостью 25 см³ в этаноле. Раствор устойчив в течение недели. Хранят раствор в холодильнике.

9.1.2 Рабочий стандартный раствор с массовой концентрацией трансфлутрина 100 мкг/см³ готовят соответствующим разбавлением 2,5 см³ основного стандартного раствора в мерной колбе вместимостью 25 см³ этанолом.

Раствор устойчив в течение недели. Хранят раствор 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 трансфлутрина, устанавливают по 6 сериям растворов из 5 параллельных определений для каждой серии согласно табл. 2.

Градуировочные растворы устойчивы в течение 2 ч.

Подготовленные градуировочные растворы перемешивают и измеряют оптическую плотность растворов в кюветах с толщиной

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении трансфлутрина

№ градуировочного раствора	Объём рабочего стандартного раствора трансфлутрина с массовой концентрацией 100 мкг/см^3, см^3	Объем этанола, см^3	Содержание трансфлутрина в градуировочном растворе, мкг
1	0	5,0	0
2	0,1	4,9	10
3	0,2	4,8	20
4	0,3	4,7	30
5	0,5	4,5	50
6	1,0	4,0	100
7	1,3	3,7	130

оптического слоя 10 мм при длине волны 220 нм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (раствор № 1 по табл. 2).

Строят градуировочную характеристику: на ось ординат наносят значения оптической плотности градуировочных раство-ров, на ось абсцисс – соответствующие им значения содержания вещества в градуировочном растворе (мкг).

9.4 Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировки проводят не реже 1 раза в три месяца, а также при смене реактивов или изменении условий анализа.

Образцами для контроля являются вновь приготовленные градуировочные растворы. Выбирают образцы в начале, в середине и в конце диапазона измерений и анализируют в точном соответствии с прописью методики.

Градуировочную характеристику считают стабильной, если для каждого контрольного образца выполняется условие (1)

$$\frac{|D_{изм} - D_{гр}|}{D_{гр}} \le K_{гр}, \quad \text{где} \qquad (1)$$

$D_{изм}$, $D_{гр}$ – значение оптической плотности образца для контроля измеренное и найденное по градуировочной характеристике соответственно;

$K_{гр}$ – норматив контроля.

$$K_{гр} = 0{,}5 \cdot \delta, \quad \text{где}$$

$\pm \delta$ – границы относительной погрешности, %, (табл. 1).

Если условие стабильности не выполняется только для одного образца, то выполняют повторное измерение этого образца с целью исключения результата, содержащего грубую ошибку.

Если градуировка не стабильна, выясняют причины нестабильности и повторяют контроль стабильности с использованием других образцов для градуировки, предусмотренных методикой. При повторном обнаружении нестабильности градуировки прибор градуируют заново.

9.5 Отбор пробы воздуха

Отбор проб проводят с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» и Руководства Р 2.2.2006—05 (прилож. 9, обязательное) «Общие методические требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны», пункт 2 «Контроль соответствия максимальным ПДК».

Воздух с объемным расходом 2 дм³/мин аспирируют через последовательно соединенные фильтр АФА-ХА помещенный в фильтродержатель и два поглотительных прибора Рыхтера, заполненных по 5 см3 этанола. Во время отбора пробы поглотители охлаждают смесью измельченного льда с хлоридом натрия.

Для измерений содержания на уровне 1/2 ОБУВ трансфлутрина необходимо отобрать 20 дм³ воздуха. Отобранные пробы могут храниться в течение 3 дней в холодильнике.

10. Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой помещают в бюкс и заливают содержимым первого поглотительного раствора, оставляют на (10—15) мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр отжимают, раствор сливают в пробирку, после чего фильтр заливают содержимым второго поглотительного прибора, оставляют на (10—15) мин, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Далее фильтр отжимают и раствор сливают в следующую пробирку. Полученные растворы анализируют отдельно. Оп-

тическую плотность анализируемых растворов изме-ряют аналогично градуировочным растворам по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробе, используя чистый фильтр. Количественное определение концентрации трансфлутрина (в мкг) в анализируемом объеме раствора пробы проводят по предварительно построенной градуировочной характеристике.

11. Вычисление результатов измерений

11.1 Массовую концентрацию трансфлутрина в воздухе С, мг/м³, вычисляют по формуле (2)

$$C = \frac{a + a_1}{V_{20}}, \text{ где} \qquad (2)$$

a – содержание в анализируемом объеме раствора пробы (в первом поглотителе), найденное по градуировочной характеристике, мкг;

a_1 – содержание в анализируемом объеме раствора пробы (во втором поглотителе), найденное по градуировочной характеристике, мкг;

V_{20} – объем воздуха, отобранный для анализа (дм³) и приведенный к стандартным условиям (прилож. 1)

11.2. За результат измерений принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, если выполняется условие приемлемости (3)

$$\frac{2 \cdot |C_1 - C_2| \cdot 100}{(C_1 + C_2)} \le r, \text{ где} \qquad (3)$$

C_1, C_2 – результаты параллельных определений массовой концентрации трансфлутрина, мг/м³;

r – значение предела повторяемости (табл. 1).

11.3. Если условие (3) не выполняется, получают еще по два результата в полном соответствии с данной МВИ. За результат измерений принимают среднее арифметическое значение результатов четырех определений, если выполняется условие (4)

$$\frac{4 \cdot |C_{max} - C_{min}| \cdot 100}{(C_1 + C_2 + C_3 + C_4)} \le CR_{0,95}, \text{ где} \qquad (4)$$

C_{max}, C_{min} – максимальное и минимальное значения из полученных четырех результатов параллельных определений массовой концентрации трансфлутрина в воздухе, мг/м³;

$CR_{0,95}$ – значение критического диапазона для уровня вероятности $P = 0,95$ и n – результатов определений.

$$CR_{0,95} = f(n) \cdot \sigma_r$$

Для n = 4

$$CR_{0,95} = 3,6 \cdot \sigma_r \qquad (5)$$

Если условие (5) не выполняется, выясняют причины превышения критического диапазона, устраняют их и повторяют выполнение измерений в соответствии с требованиями МВИ.

11.4 Результат анализа в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде

$$\overline{C} \pm 0,01 \cdot \delta \cdot \overline{C}, \text{ при P} = 0,95, \text{ где}$$

$\overline{C}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, признанных приемлемыми по 11.2, 11.3, мг/м³;

$\pm\delta$ – границы относительной погрешности, %, (табл. 1).

В случае, если полученный результат измерений ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, производят следующую запись в журнале; «массовая концентрация трансфлутрина в воздухе рабочей зоны менее 0,5 мг/м³ (более 6,5 мг/м³)».

12. Контроль качества результатов измерений при реализации методики в лаборатории

Контроль качества результатов измерений в лаборатории при реализации методики осуществляют по ГОСТ Р ИСО 5725-6, используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по 6.2.3 ГОСТ Р ИСО 5725-6. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля стабильности результатов выполнения измерений регламентируют в Руководстве по качеству лаборатории.

Рекомендуется устанавливать контролируемый период так, чтобы количество результатов контрольных измерений было от 20 до 30.

При неудовлетворительных результатах контроля, например, при превышении предела действия или регулярном превышении предела предупреждения, выясняют причины этих отклонений, в том числе проводят смену реактивов, проверяют работу оператора.

13. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 2 ч.

Приложение 1

Приведение
объема воздуха к стандартным условиям

Приведение объема воздуха к стандартным условиям при температуре 293 К (20 °С) и атмосферном давление 101,33 кПа (760 мм рт. ст.).

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273 + t) \cdot 101{,}33}, \quad \text{где}$$

V_t – объём воздуха, отобранный 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.

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.
Байотрин	74
Бенфлутрин	74
Витаглутам	30
Гистаминглутаровая кислота	28
Грамицидин С	41
Грамицидин С дигидрохлорид	41
Дифенилметакрилат	6
Кефзол	52
Метофлутрин	64
Нитроксолин	94
Пара-хлорфенилметакрилат	84
Трансфлутрин	74
Цефезол	52
Цефазолин	52
Цефазолина натриевая соль	52

gost.e-ecolog.ru