**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
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации

Г. Г. Онищенко
18 августа 2004 г.
Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

# Фотометрическое измерение массовых концентраций [три(трифторметансульфонат)]лантана (трифторметансульфонат лантана) в воздухе рабочей зоны

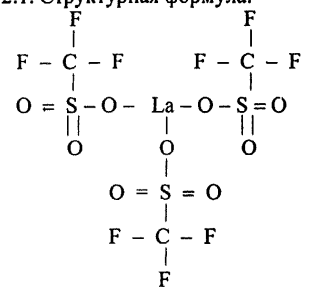
## Методические указания МУК 4.1.1932—04

## 1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный фотометрический анализ воздуха рабочей зоны на содержание трифторметансульфоната лантана в диапазоне массовых концентраций от 0,9 до 9,0 мг/м$^3$.

## 2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула:



2.2. Эмпирическая формула $(CF_3SO_3)_3La$.

2.3. Молекулярная масса 586,12.

2.4. Регистрационный номер CAS 34629-21-5.

2.5. *Физико-химические свойства.* Трифторметансульфонат лантана – бесцветное кристаллическое вещество, без запаха, гигроскопичное. Температура плавления 630 °С. Хорошо растворим в воде, этаноле, ацетоне; нерастворим в диоксане, хлороформе, бензоле.

Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль.

2.6. *Токсикологическая характеристика.* Трифторметансульфонат лантана обладает выраженным раздражающим действием.

Ориентировочно безопасный уровень воздействия (ОБУВ) в воздухе рабочей зоны – 2 мг/м$^3$.

## 3. Погрешность измерения

Методика обеспечивает выполнение измерений массовых концентраций трифторметансульфоната лантана в воздухе рабочей зоны с относительной погрешностью ± 17 %, при доверительной вероятности 0,95.

## 4. Метод измерений

Измерение массовых концентраций трифторметансульфоната лантана выполняют методом фотоэлектроколометрии.

Метод определения основан на взаимодействии соли лантана с арсеназо III в слабокислом растворе с образованием растворимого в воде комплекса розово-фиолетового цвета.

Измерение проводят при длине волны 670 нм.

Концентрирование трифторметансульфоната лантана из воздуха осуществляют на аэрозольный фильтр АФА-ХП-20.

Нижний предел измерения содержания трифторметансульфоната лантана в анализируемом объеме пробы – 5мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации трифторметансульфоната лантана в воздухе рабочей зоны – 0,9 мг/м$^3$ (при отборе 7,0 дм$^3$ воздуха).

Метод специфичен в условиях производства трифторметансульфоната лантана.

Определению не мешают трифторметансульфоновая кислота и её ангидрид.

## 5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы, растворы

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

### *5.1. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы*

| | |
|---|---|
| 5.1.1. Фотоэлектроколориметр КФК-3, имеющий спектральный диапазон 315—980 нм | ГОСТ 12083—78 |
| 5.1.2. Барометр-анероид БАММ-1, диапазон измерения 84—106 кПа | ТУ 25-04-1618—72 |
| 5.1.3. Весы лабораторные ВЛР-200, 2 класса точности, цена деления ± 0,5мг | ГОСТ 24104—88Е |
| 5.1.4. Меры массы Г-2-210, 2 класса точности | ГОСТ 7328—01 |
| 5.1.5. Секундомер 2 класса точности, цена деления секундной шкалы – 0,2 с | ТУ 25-1894.003—90 |
| 5.1.6. Колбы мерные, вместимостью 50 и 100 $см^3$ | ГОСТ 1770—74Е |
| 5.1.7. Пипетки мерные, 1,5 и 10 $см^3$, 2 класса точности | ГОСТ 29227—91 |
| 5.1.8. Термометр лабораторный, цена деления 1 °С | ГОСТ 28498—90 |
| 5.1.9. Аспирационное устройство, модель 822, с погрешностью ± 10 % | ГОСТ 2.6.01—86 |
| 5.1.10. Дистиллятор | ТУ 61-1-721—79 |
| 5.1.11. Сушильный шкаф | ГОСТ 13474—79 |
| 5.1.12. Фильтродержатели, изготовитель ВО «Изотоп» | ТУ 96-72-05—77 |
| 5.1.13. Стаканы ВН, стеклянные, вместимостью 50 $см^3$ | ТУ 25-2024.008—80 |
| 5.1.14. Фильтры АФА-ХП-20 | ТУ 95-1892—89 |

### *5.2. Реактивы, растворы*

| | |
|---|---|
| 5.2.1. Трифторметансульфонат лантана, с содержанием основного вещества не менее 99,0 %, в пересчете на сухое вещество (временный технологический регламент № 2781/22 на производство трифторметансульфоната лантана разработан и утвержден Иркутским институтом химии СО РАН. Торговое название трифторметансульфоната лантана – трифлат) | |
| 5.2.2. Арсеназо III, чда, 0,025 %-ный раствор | ТУ 6-09-4151—75 |

5.2.3. Аскорбиновая кислота, хч, 1 %-ный раствор, свежеприготовленный ГОСТ 4815—75

5.2.4. Вода дистиллированная ГОСТ 6709—72

Допускается применение иных средств измерений, вспомогательных устройств, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками и квалификацией не хуже приведенных в данном разделе.

## 6. Требования безопасности

При выполнении измерений массовых концентраций трифторметансульфоната лантана в воздухе соблюдают следующие требования безопасности:

6.1. Правила техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.0.003—74 и 12.1.005—88.

6.2. Электробезопасность при работе с электроустройствами по ГОСТ 12.1.019—79 и инструкции по эксплуатации прибора.

6.3. Общие требования пожаро- и взрывобезопасности по ГОСТ 12.1.004—91.

6.4. Все виды работ с реактивами проводят только в вытяжном шкафу при работающей вентиляции.

## 7. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим или средним специальным образованием, прошедших соответствующую подготовку и имеющих навыки работы на фотоэлектроколориметре.

## 8. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

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 относительной влажности воздуха не более 80 %.

8.2. Выполнение измерений на фотоэлектроколориметре проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору.

## 9. Подготовка к выполнению измерений

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

### *9.1. Приготовление растворов*

9.1.1. Для приготовления основного стандартного раствора с концентрацией 1 мг/см$^3$ 50 мг трифторметансульфоната лантана вносят в колбу вместимостью 50 см$^3$, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения – 1 месяц.

9.1.2. Рабочий стандартный раствор для градуировки ($c$ = 10 мкг/см$^3$). 1 см$^3$ исходного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доводят объем до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения – 1 неделя.

9.1.3. Арсеназо III 0,025 %-ный раствор: 25 мг арсеназо III взвешивают на аналитических весах и растворяют в дистиллированной воде, в мерной колбе вместимостью 100 см$^3$. Срок хранения – 1 неделя.

9.1.4. Аскорбиновая кислота 1 %-ный раствор. 1 г аскорбиновой кислоты растворяют в 99 см$^3$ дистиллированной воды. Раствор должен быть свежеприготовленным.

### *9.2. Подготовка прибора*

Подготовку фотоэлектроколориметра к работе проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

### *9.3. Установление градуировочной характеристики*

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности раствора от массы трифторметансульфоната лантана, устанавливают по 5 сериям растворов из пяти параллельных определений в каждой серии растворов для градуировки согласно табл. 1.

Таблица 1

**Растворы для установления градуировочной характеристики при определении трифторметансульфоната лантана**

| № стандарта | Рабочий раствор трифторметансульфоната лантана ($C$ = 10 мкг/см$^3$), см$^3$ | Вода дистиллированная, см$^3$ | Концентрация трифторметансульфоната лантана в градуировочном растворе, мкг/см$^3$ | Содержание трифторметансульфоната лантана в градуировочном растворе, мкг |
|---|---|---|---|---|
| 1 | 0 | 8,0 | 0 | 0 |
| 2 | 0,5 | 7,5 | 0,625 | 5 |
| 3 | 1,0 | 7,0 | 1,250 | 10 |
| 4 | 1,5 | 6,5 | 1,875 | 15 |
| 5 | 3,0 | 5,0 | 3,750 | 30 |
| 6 | 5,0 | 3,0 | 6,250 | 50 |

Во все пробирки прибавляют по 1 см$^3$ раствора аскорбиновой кислоты и арсеназо III, тщательно перемешивают и замеряют оптическую плотность окрашенного комплекса в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 20 мм при длине волны 670 нм по отношению к раствору сравнения, не содержащего определяемого вещества.

Градуировочную характеристику устанавливают на средних значениях оптической плотности, вычисленных из результатов измерений 5 растворов каждой серии для градуировки, и строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс – соответствующие им величины содержания трифторметансульфоната лантана в градуировочном растворе (мкг).

Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в квартал или при изменении условий анализа.

### *9.4. Отбор проб воздуха*

Отбор проб проводят согласно ГОСТ 12.1.005—88. Воздух с объемным расходом 2,0 дм$^3$/мин в течение 3,5 мин аспирируют через фильтр АФА-ХП-20, закрепленный в фильтродержателе. Срок хранения пробы – не более 1 суток. Для определения 1/2 ОБУВ трифторметансульфоната лантана необходимо отобрать 7,0 дм$^3$ воздуха.

## 10. Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой переносят в химический стакан, приливают 5 см$^3$ дистиллированной воды и оставляют на 5 минут, периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Затем фильтр отжимают и повторно обрабатывают 5 см$^3$ дистиллированной воды. Оба раствора объединяют и доводят дистиллированной водой до 10 см$^3$. Степень десорбции вещества с фильтра 99 %. Из общего объема раствора на анализ отбирают 8 см$^3$, которые обрабатывают в соответствии с п. 9.3 и анализируют по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробе, используя чистый фильтр.

Количественное определение содержания трифторметансульфоната лантана проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

## 11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию ($C$, мг/м$^3$) трифторметансульфоната лантана в воздухе рабочей зоны вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot B}{б \cdot V}, \text{ где}$$

*а* – содержание трифторметансульфоната лантана, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

*В* – общий объем раствора пробы, $см^3$;

*б* – объем пробы раствора, отобранного на анализ, $см^3$;

*V* – объем пробы воздуха, отобранного для анализа ($дм^3$) и приведенного к нормальным условиям (прилож. 1).

## 12. Оформление результатов

Результат количественного анализа представляют в виде:

$C \pm \Delta$, $мг/м^3$, $P = 0,95$ значение $\Delta = 0,17C$, ($мг/м^3$), где $\Delta$ – характеристика погрешности.

## 13. Контроль погрешности методики КХА

Таблица 2

**Значения характеристики погрешности, стандартного отклонения повторяемости и воспроизводимости**

| Диапазон определяемых концентраций трифторметансульфоната лантана, $мг/м^3$ | Наименование метрологической характеристики | | |
|---|---|---|---|
| | характеристика погрешности, $\Delta$, $мг/м^3$, P = 0,95 | стандартное отклонение повторяемости, $мг/м^3$ $P = 0,95$ $\sigma_r$ | стандартное отклонение воспроизводимости, $мг/м^3$, $P = 0,95$ $\sigma_R$ |
| 2,5—25,0 | 0,17C | 0,054C | 0,062C |

Метрологические характеристики приведены в виде зависимости от значения массовой концентрации анализируемого компонента в пробе – *С*.

### *13.1. Оперативный контроль предела повторяемости*

Оперативный контроль предела повторяемости 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 часть анализируют в точном соответствии с данной методикой и получают результат измерения содержания трифторметансульфоната лантана $C_1$. Во вторую часть аликвоты пробы вносят добавку трифторметансульфоната лантана *С*.

Пробу с добавкой анализируют в точном соответствии с методикой, получая результат измерения $C_2$. Концентрация с добавкой не должна выходить за верхний диапазон измерения.

Результаты измерений $C_1$ и $C_2$ получают в одинаковых условиях, то есть одним аналитиком с использованием одного набора мерной посуды, одних и тех же растворов, фотоэлектроколориметра.

Результат контроля считают удовлетворительным при выполнении условия:

$$|C_1 - C_2 - C| \le r, \text{ где}$$

$r$ – предел повторяемости

Значение $r$ рассчитывают по формуле

$$r = 2{,}8\ \sigma_r, \text{ где}$$

$\sigma_r$ – стандартное отклонение повторяемости.

$$\sigma_r = 0{,}054\ C$$

При превышении предела повторяемости процедуру повторяют. При повторном превышении выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам, и устраняют их.

### *13.2. Оперативный контроль предела воспроизводимости*

Контроль предела воспроизводимости выполняют, используя реальные пробы воздуха. Отбор проб воздуха, подготовку пробы, выполнение измерений и обработку результатов выполняют в точном соответствии с данной МВИ в условиях внутрилабораторной воспроизводимости: два аспирационных устройства при одновременном отборе проб воздуха из одного места отбора, разные приборы, разные операторы, разные наборы посуды и реактивов.

Сопоставление разности двух результатов измерений, полученных в условиях воспроизводимости, должно осуществляться с пределом воспроизводимости $R$.

$$|C_1 - C_2| \le R, \text{ где}$$

$C_1$ и $C_2$ – результаты анализа рабочих проб, выполненные двумя разными аналитиками в разных условиях.

Предел воспроизводимости рассчитывают по формуле:

$$R = 2{,}8\ \sigma_R, \text{ где}$$

$\sigma_R$ – стандартное отклонение воспроизводимости, $\sigma_R = 0{,}062\ C$

При превышении предела воспроизводимости эксперимент повторяют.

## 14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 3 ч 30 мин.

Методические указания разработаны: НИИ медицины труда и экологии человека – Ангарский филиал ГУ Научный центр медицинской экологии ВСНЦ СО РАМН (В. Б. Дорогова, О. М. Журба).

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 $P$, кПа/мм рт. ст. | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| t °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 | 1,0986 | 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 |
| [illegible] | 0,9049 | 0,9099 | 0,9149 | 0,9199 | 0,9248 | 0,9297 | 0,9347 | 0,9397 | 0,9421 | 0,9471 |

gost.e-ecolog.ru