УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный врач Российской Федерации – Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации

Г. Г. Онищенко

29 октября 2000 г.

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Метод фотометрического измерения концентраций трифторметансульфокислоты в атмосферном воздухе

Методические указания МУК 4.1.996—00

1. Общие положения и область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику проведения фотометрического количественного химического анализа проб атмосферного воздуха для определения в них содержания трифторметансульфокислоты в диапазоне концентраций от 0,04 до 0,6 мг/м^3.

Методические указания разработаны в соответствии с требованиями ГОСТа Р8.563—96 «Методики выполнения измерений».

Методические указания предназначены для применения в лабораториях предприятий, организаций и учреждений, осуществляющих контроль за загрязнением окружающей среды и аккредитованных в установленном порядке на право проведения таких исследований.

2. Характеристика вещества

Эмпирическая формула – CF_3SO_3H

Молекулярная масса – 150,08

Регистрационный номер по CAS № 1493—13—6

Издание официальное

Настоящие методические указания не могут быть полностью или частично воспроизведены, тиражированы и распространены без разрешения Департамента госсанэпиднадзора Минздрава России.

gost.e-ecolog.ru

Физико-химические свойства

Трифторметансульфокислота – бесцветная жидкость с резким запахом. Температура кипения – 162—164 °С, плотность – 1,7 г/см^3. Растворима в воде и органических полярных растворителях.

Токсикологическая характеристика

Трифторметансульфокислота раздражающе действует на кожу, глаза.

Ориентировочно безопасный уровень воздействия (ОБУВ) – 0,05 мг/м^3.

3. Погрешность измерения

Методика обеспечивает выполнение измерений трифторметансульфокислоты в атмосферном воздухе с погрешностью, не превышающей ± 17 %, при доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерение массовой концентрации трифторметансульфокислоты выполняют методом фотоэлектроколориметрии.

Метод определения основан на взаимодействии трифторметансульфокислоты с метиловым фиолетовым с образованием комплекса, окрашенного в голубой цвет.

Измерение проводят при длине волны 590 нм.

Концентрирование трифторметансульфокислоты из воздуха осуществляют в дистиллированную воду.

Нижний предел измерения трифторметансульфокислоты в анализируемом объеме пробы – 1,0 мкг .

Нижний предел измерения концентрации трифторметансульфокислоты в атмосферном воздухе – 0,04 мг/м^3.

Определению не мешают трифторметансульфофторид, фтористый водород и ангидрид трифторметансульфокислоты при концентрациях его в атмосферном воздухе до 1,6 ПДК.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, материалы, реактивы

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

5.1. Средства измерений

Фотоэлектроколориметр КФК-2МП или
любой другой, имеющий спектральный

диапазон 315—980 нм, предел измерения оптической плотности от 0 до 2	ГОСТ 12083—78
Барометр-анероид БАММ-1, диапазон измерения 84—106 кПа	ТУ 25—04—1618—72
Весы аналитические 2 класса точности, цена деления ± 0,75 мг	ГОСТ 24104—80Е
Меры массы Г-2—210 2 класса точности	ГОСТ 7328—82Е
Секундомер 2 класса точности, цена деления секундной шкалы 0,2 с	ТУ 25—1894.003—90
Термометр лабораторный, цена деления 1 °С	ГОСТ 28498—90
Электроаспиратор, модель 822, погрешность ± 10 %	ТУ 25—11—1414—78
Колбы мерные, 2—50—2; 2—100—2	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки мерные, вместимостью 1 и 5 $см^3$, 2 класса точности	ГОСТ 29169—91

5.2. Вспомогательные устройства

Дистиллятор	ТУ 61—1—721—79
Сушильный шкаф	ГОСТ 13474—79
Поглотительные приборы Рихтера	

5.3. Реактивы

Трифторметансульфокислота, х. ч.	ТУ 2431—002—07623046—96
Метиловый фиолетовый, ч. д. а	ТУ 6—09—945—76
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Спирт амиловый, ч.	ТУ 6—09—3467—79
Толуол, ч. д. а.	ГОСТ 5789—78

6. Требования безопасности

При выполнении измерений концентраций трифторметансульфокислоты в атмосферном воздухе соблюдают следующие требования:

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

6.2. Электробезопасность при работе с электроустановками по ГОСТу 12.1.019—79 и инструкции по эксплуатации прибора.

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

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

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускают лиц с высшим и 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 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, построение градуировочного графика, подготовка прибора, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

Для приготовления *основного стандартного раствора* 50 мг трифторметансульфокислоты вносят в колбу, вместимостью 50 см^3, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения – 1 мес.

Рабочий раствор трифторметансульфокислоты для градуировки (*С = 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.

Метиловый фиолетовый 0,05 %-ный раствор: 50 мг метилового фиолетового растворяют в мерной колбе, вместимостью 100 см^3, в дистиллированной воде.

Смесь толуола и амилового спирта 5 : 1: в плоскодонную колбу приливают 200 см^3 толуола, 40 см^3 амилового спирта и тщательно перемешивают.

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 трифторметансульфокислоты, устанавливают по 5 сериям растворов для градуировки. Каждая серия состоит из 7 растворов. Растворы готовят в пробирках, вместимостью 10 см³, в соответствии с табл. 1.

Таблица 1

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении трифторметансульфокислоты

Номер раствора для градуировки	1	2	3	4	5	6	7
Объем рабочего раствора (С = 10 мкг/см³), см³	0	0,1	0,2	0,4	0,6	1,0	1,5
Объем дистиллированной воды, см³	3,0	2,9	2,8	2,6	2,4	2,0	1,5
Содержание трифторметансульфокислоты, мкг	0	1	2	4	6	10	15

Во все пробирки прибавляют по 0,1 см³ раствора метилового фиолетового и тщательно перемешивают. Раствор из пробирки переливают в делительные воронки, прибавляют по 2 см³ смеси растворителей (толуоламиловый спирт), воронки закрывают пробкой и энергично встряхивают в течение 2 мин. После расслоения слоев водный слой удаляют и замеряют оптическую плотность экстракта в кюветах с расстоянием между рабочими гранями 3 мм при длине волны 590 нм по отношению к контрольному раствору.

Градуировочную характеристику устанавливают на средних значениях оптической плотности, вычисленных из результатов измерений 5 серий растворов для градуировки и строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс – соответствующие им величины содержания трифторметансульфокислоты в градуировочном растворе (мкг). Проверку градуировочной характеристики проводят 1 раз в квартал и при смене партии реактивов.

9.4. Отбор проб

Отбор проб проводят согласно ГОСТу 17.2.3.01—86. Воздух со скоростью 4 дм³/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных прибора Рихтера, содержащих 5 см³ воды в каждом, в течение 10 мин. После отбора пробы концы поглотитель-

ных сосудов фиксируют стеклянными заглушками. Срок хранения пробы – не более 1 суток.

10. Выполнение измерений

После отбора пробы из каждого поглотительного прибора на анализ в пробирки отбирают по 3 см^3 раствора пробы, которые обрабатывают в соответствии с п. 9.3 и анализируют раздельно по отношению к холостой пробе.

Содержание трифторметансульфокислоты (мкг) в пробе находят с помощью градуировочной характеристики, суммируя результаты анализов из первого и второго поглотительных приборов.

11. Вычисление результатов измерений

Концентрацию (C) трифторметансульфокислоты в воздухе (мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m \cdot V}{V_1 \cdot V_0}, \text{ где}$$

m – суммарное содержание трифторметансульфокислоты, найденное по градуировочной характеристике, мкг;

V – общий объем раствора пробы, см^3;

V_1 – объем пробы, отобранной на анализ, см^3;

V_0 – объем пробы воздуха, приведенный к нормальным условиям, дм^3.

$$V_0 = \frac{V_t \cdot 273 \cdot P}{(273 + t) \cdot 760}, \text{ где}$$

V_t – объем пробы воздуха, дм^3;

P – атмосферное давление при отборе проб воздуха, мм рт. ст.;

t – температура воздуха в местах отбора проб, °С.

12. Оформление результатов

Результат количественного анализа представляют в виде:

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

Δ – характеристика погрешности; значение Δ = 0,17 X.

13. Контроль погрешности методики

Таблица 2

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

Диапазон определяемых концентраций трифторметансульфокислоты, мг/м³	Наименование метрологической характеристики		
	Характеристика погрешности, мг/м³ (P = 0,95)	Норматив оперативного контроля погрешности, K, мг/м³ (P = 0,90, m = 3)	Норматив оперативного контроля воспроизводимости, D, мг/м³ (P = 0,95, m = 2)
от 0,04—0,6	0,17 X	0,143 X	0,077 X

Метрологические характеристики приведены в виде зависимости от массовой концентрации определяемого компонента (X) в мг/м³ в пробе.

13.1. Оперативный контроль воспроизводимости

Оперативный контроль воспроизводимости проводят с использованием рабочих проб, отобранных и проанализированных разными операторами в точном соответствии с прописью методики, т. е. получают два результата анализа, выполненных разными операторами с использованием разных наборов мерной посуды и реактивов. Два средних результата анализа не должны отличаться друг от друга на величину допускаемых расхождений между результатами анализа:

$$\left|\overline{C}_1 - \overline{C}_2\right| \le D \text{, где } \overline{C} = \frac{C_1 + C_2}{2}$$

C_1 и C_2 – результат параллельных определений одного оператора, мг/м³;

$\overline{C}_1$ и $\overline{C}_2$ – средние результаты определений, выполненные разными операторами, мг/м³;

D – норматив оперативного контроля воспроизводимости, мг/м³.

Норматив D рассчитывают по формуле:

$$D = 2{,}77\sigma\ (\Delta)^{\circ}\text{, где}$$

$\sigma\ (\Delta)^{\circ}$ – показатель воспроизводимости (характеристика случайной составляющей погрешности), мг/м³.

Разница в результатах анализа не должна превышать допустимого значения D, указанного в таблице 2.

При превышении норматива воспроизводимости выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

13.2. Оперативный контроль погрешности

Оперативный контроль точности проводят с использованием аттестованной смеси и он состоит в сравнении результата контрольной процедуры $Кк$, равного разности между контрольным измерением трифторметансульфокислоты в аттестованной смеси ($\overline{X}$) и его аттестованным значением (C), с нормативом ВОК точности K (см. табл. 2).

Точность контрольного измерения ($\overline{X}$), а также точность результатов анализа рабочих проб признают удовлетворительными, если выполняется условие

$$Кк = (\overline{X} - C) \le K\text{, где}$$

K – норматив оперативного контроля погрешности, равный 0,143 X.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 3 проб требуется 1 час.

gost.e-ecolog.ru