Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций проп-2-ен-1-аля (акролеина) в воздухе рабочей зоны по реакции с сульфаниловой кислотой методом фотометрии

Методические указания
МУК 4.1.2472—09

Издание официальное

Москва • 2009

gost.e-ecolog.ru

Федеральная служба по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций проп-2-ен-1-аля (акролеина) в воздухе рабочей зоны по реакции с сульфаниловой кислотой методом фотометрии

Методические указания
МУК 4.1.2472—09

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** массовых концентраций проп-2-ен-1-аля (акролеина) в воздухе рабочей зоны по реакции с сульфаниловой кислотой методом фотометрии: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009.—16 с.

1. Разработаны: НИЦ «Экос» ЗАО «Алгама» (В. А. Смирнов) и ЦНИЛ филиала «ВГСЧ Урала» ФГУП «СПО «Металлургбезопасность» (С. М. Росляков – начальник ЦНИЛ, С. А. Каграманян – главный метролог ЦНИЛ, Л. С. Цизман – районный инженер филиала «ВГСЧ Урала»).

2. Подготовлены: ГУ НИИ МТ РАМН (Л. Г. Макеева, Г. В. Муравьёва).

3. Рекомендованы к утверждению Комиссией по санитарно-гигиеническому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека (протокол от 25 декабря 2009 г. № 3).

4. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г. Г. Онищенко 2 февраля 2009 г.

5. Вводятся в действие с 29 апреля 2009 г.

6. Введены взамен МУ № 2719—83 «Методические указания по фотометрическому определению акролеина в воздухе», утв. 21.04.1983 зам. Главного государственного санитарного врача СССР А. И. Заиченко.

ББК 51.21

Формат 60x88/16 Печ. л. 1,0

Тираж 200 экз.

Федеральная служба по надзору
в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека
127994, Москва, Вадковский пер., д. 18/20

Оригинал-макет подготовлен к печати и тиражирован
отделом издательского обеспечения
Федерального центра гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора
117105, Москва, Варшавское ш., 19а
Отделение реализации, тел./факс 952-50-89

© Роспотребнадзор, 2009
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2009

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
2 февраля 2009 г.
Дата введения: 29 апреля 2009 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций проп-2-ен-1-аля (акролеина) в воздухе рабочей зоны по реакции с сульфаниловой кислотой методом фотометрии

Методические указания МУК 4.1.2472—09

1. Общие положения и область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нем акролеина методом фотометрии в диапазоне массовых концентраций от 0,1 до 1,4 мг/м^3.

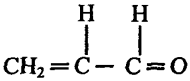
Погрешность измерений соответствует характеристикам, приведенным в табл. 1.

Методические указания разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.016—79 «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ» (с изм. 1), ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.» (с изм. 1), ГОСТ Р 8.563—96 «ГСИ. Методики выполнения измерений» (с изм. 1 и 2) и ГОСТ Р ИСО 5725—2002 (части 1—6) «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений».

Методические указания по измерению массовых концентраций акролеина в воздухе рабочей зоны методом фотометрии предназначены для лабораторий «ФГУЗ ЦГиЭ», санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием акролеина в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов и других заинтересованных министерств и ведомств.

2. Характеристика вещества

2.1. Структурная формула:



2.2. Эмпирическая формула: C_3H_4O

2.3. Молекулярная масса: 56,07

2.4. Регистрационный номер CAS: 107-02-8

2.5. Физико-химические свойства

Акролеин – бесцветная, летучая жидкость с неприятным запахом, плотность 0,841 г/см^3 при температуре 20 °С, температура кипения 52,5 °С, температура плавления минус 87,7 °С, летучесть 407 мг/дм^3 (при 20 °С). Порог восприятия запаха около 0,004 мг/дм^3. Растворимость в воде (40 г на 100 г при 20 °С). Хорошо растворим в органических растворителях, легко полимеризуется.

Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.6. Токсикологическая характеристика

Акролеин сильно раздражает слизистые оболочки; наркотическое действие – слабое.

Предельно допустимая концентрация ($ПДК_м$) акролеина в воздухе рабочей зоны 0,2 мг/м^3.

Акролеин относится к веществам второго класса опасности.

3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Настоящая методика определения акролеина обеспечивает получение результатов измерений с метрологическими характеристиками, значения которых не превышают представленных в таблице 1, для соответствующих диапазонов измерений (при $P = 0,95$).

Таблица 1

Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Диапазон измерений массовых концентраций акролеина, мг/м^3	Доверительные границы относительной погрешности ±δ, % отн.	Предел повторяемости r_δ, % отн.	Предел воспроизводимости R_δ, % отн.
От 0,10 до 1,4 вкл.	24	7,83	22

4. Метод измерений

Измерения массовых концентраций акролеина выполняют методом фотометрии.

Определение акролеина основано на взаимодействии с сульфаниловой кислотой при pH 1,5—2,5, с образованием окрашенного в желтый цвет продукта реакции.

Измерение проводят на фотоэлектроколориметре при длине волны 440 нм, используя синий светофильтр.

Отбор проб проводят с концентрированием на силикагель.

Нижний предел измерения содержания акролеина в анализируемом объеме пробы – 1 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации акролеина в воздухе – 0,1 мг/м^3 (при отборе 10 дм^3 воздуха).

Методика позволяет определить акролеин в присутствии кетонов, формальдегида. Ацетальдегид, пропионовый, масляный, изовалериановый, коричный альдегиды не мешают определению при содержании в воздухе до 0,50 мг/м^3. Кротоновый альдегид мешает определению.

5. Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

5.1. Средства измерений

Колориметр фотоэлектрический типа КФК-3	ТУ 3-3.1766, Госреестр № 11598-02
Весы лабораторные высокого (II) класса точности с пределом взвешивания 200 г	ГОСТ 24104, Госреестр № 19874-02
Гири, набор (1—100) г	ГОСТ 7328
Термометр с ценой деления 1 °С	ГОСТ 27544, Госреестр № 251-90
Барометр-анероид	ГОСТ 6359
Психрометр аспирационный МВ-4М	ТУ 25.1607.054, Госреестр № 10069-01
Колбы мерные 2-10-2; 2-100-2; 2-1000-2	ГОСТ 1770
Пипетки градуированные 1-1-1-0,5; 1-2-2-2; 1-2-2-5; 1-2-2-10; 1-2-2-25	ГОСТ 29227
Пипетки с одной отметкой 1-2-1; 1-2-5; 1-2-10; 1-2-20	ГОСТ 29169
Ротаметр (реометр)	ГОСТ 13045 (ГОСТ 9932)
Аспирационное устройство типа ПА-40М-1	ГОСТ Р 51945; ТУ 4215-008-39906142, Госреестр 21456-06
pH-метр (иономер)	ТУ ИНФ 2.840.005
Цилиндр мерный 1-50; 1-100; 1-500	ГОСТ 1770
Секундомер	ТУ 25-1819.0021, Госреестр № 11519-06

5.2. Вспомогательное оборудование

Колба Кн-1-250-24/29 ТХС или П-1-250-29/32 ТХС	ГОСТ 25336
Трубки стеклянные (внутренний диаметр 3 мм, длина 400 мм)	ГОСТ 25336
Трубки полихлорвиниловые	ТУ 6-05-1632
Пробирки колориметрические П-2-10-14/23 ХС	ГОСТ 1770
Муфельная печь до 700 °С	
Шкаф сушильный типа СНОЛ	ТУ 16-681.139
Стекловолокно	ГОСТ 10146

5.2. Реактивы и материалы

Акролеин, ч	ТУ 6-09-3972
Натрий нитрит, хч	ГОСТ 4168
Соляная кислота, ч, уд. веса 1,188 г/см^3	ГОСТ 3118
Серная кислота, ч, уд. веса 1,839 г/см^3	ГОСТ 4204
Сульфаниловая кислота, хч	ГОСТ 5821
Натрий гидроксид, ч	ГОСТ 4328
Силикагель технический марки КСКГ, фракция зерен (0,25—0,5) мм	ГОСТ 3956
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709

Допускается применение иных средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками и квалификаций не ниже приведенных в разделе 5.

6. Требования безопасности

При выполнении измерений необходимо соблюдать:

6.1. Требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12. 1.007 и ГОСТ 12.1.005;

6.2. Меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009;

6.3. Требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019 при выполнении измерений с использованием фотоэлектроколориметра;

6.4. Требования, изложенные в эксплуатационной документации на средства измерений и вспомогательное оборудование.

6.5. Помещение лаборатории должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией. Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать ПДК, установленных ГН 2.2.5.1313—03.

6.6. Работы, связанные с акролеином, следует проводить в соответствии с правилами безопасной работы в химической лаборатории и инструкцией по технике безопасности для работников химических лабораторий конкретного предприятия.

6.7. Работающие должны быть обучены правилам безопасности труда согласно ГОСТ 12.0.004.

7. Требования к квалификации операторов

К выполнению измерений и обработке их результатов допускаются специалисты, имеющие высшее или специальное химическое образование, опыт работы в химической лаборатории, прошедшие обучение и владеющие техникой проведения анализа, освоившие метод анализа в процессе тренировки и уложившиеся в нормативы контроля при проведении процедуры контроля погрешности анализа и имеющие стаж и опыт работы в химической лаборатории не менее 1 года.

8. Условия измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть соблюдены следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С	20 ± 5;
атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.)	84,0—106,7 (630—800);
относительная влажность воздуха, %, не более	80;
напряжение питания, В	220^{+22}_{-33};
частота, Гц	50 ± 1.

9. Подготовка к выполнению измерений

9.1. Подготовка посуды

Стеклянную посуду ополаскивают ацетоном для удаления органических примесей, несколько раз промывают водопроводной водой, заливают хромовой смесью и выдерживают 1 ч. После этого посуду извлекают из хромовой смеси, ополаскивают несколько раз водопроводной, а затем дистиллированной водой и сушат в сушильном шкафу. Чистую посуду для анализа хранят в закрытом виде.

9.2. Приготовление растворов

9.2.1. Основной стандартный раствор акролеина.

Основной стандартный раствор акролеина готовят в мерной колбе вместимостью 100 $см^3$. Для этого в неё вносят (40—50) $см^3$ соляной кислоты (1 : 300) по объему, закрывают пробкой, взвешивают на аналитических весах, добавляют 10 капель (свежеперегнанного при температуре 52,5 °С) акролеина. Повторно взвешивают с закрытой пробкой, доводят

раствором соляной кислоты (1 : 300) до метки. По разности взвешивания определяют массу навески акролеина (m, мкг).

Концентрацию основного стандартного раствора акролеина ($C_{осн}$, мкг/см^3) рассчитывают по формуле:

$$C_{осн} = \frac{m \cdot 10^3}{V}, \text{ где} \quad (1)$$

m – масса навески акролеина, мг;

10^3 – перевод мг в мкг;

V – объём мерной колбы, см^3.

Основной стандартный раствор хранят не более трёх дней.

9.2.2. Стандартный раствор акролеина № 1.

Стандартный раствор № 1 с массовой концентрацией акролеина 10 мкг/см^3 готовят путём разбавления основного стандартного раствора раствором соляной кислоты (1 : 300) по объёму в колбе вместимостью 100 см^3. Необходимый объём основного стандартного раствора (V, см^3) вычисляют по формуле:

$$V = \frac{C_1 \cdot V_1}{C_{осн}}, \text{ где} \quad (2)$$

C_1 – концентрация стандартного раствора № 1, мкг/см^3;

V_1 – вместимость колбы со стандартным раствором № 1, см^3;

$C_{осн}$ – концентрация акролеина в основном стандартном растворе, мкг/см^3.

Раствор используется свежеприготовленным.

9.2.3. Соляная кислота (1 : 300) по объёму.

Раствор готовят разбавлением соляной кислоты в соотношении (1 : 300) по объёму. Для этого в колбу вливают 300 см^3 дистиллированной воды и затем при перемешивании добавляют 1,00 см^3 соляной кислоты с удельным весом 1,188 г/см^3.

9.2.4. Раствор сульфанилата натрия.

Растворяют 8,00 г безводной сульфаниловой кислоты в 150 см^3 2 % раствора гидроксида натрия.

Раствор готовят перед употреблением.

9.2.5. Гидроксид натрия 2 % раствор.

2 % раствор гидроксида натрия готовят путём растворения 2,00 г гидроксида натрия в 98 см^3 дистиллированной воды.

9.2.6. Нитрит натрия 0,3 %.

0,3 % раствор нитрита натрия готовят растворением 0,30 г вещества в 99,7 см^3 дистиллированной воды.

9.2.7. Соляная и серная кислоты (1 : 4) по объёму.

Растворы соляной (1 : 4) и серной кислот (1 : 4) по объёму готовят из концентрированных кислот. 20 см^3 кислоты разбавляют 80 см^3 дистиллированной воды.

9.2.8. Силикагель КСКГ.

Силикагель фракции (0,25—0,5) мм просеивают через сито с диаметром отверстий (0,25—0,5) мм, переносят в колбу, заливают горячим 5 % раствором соляной кислоты и кипятят в течение одного часа, промывают несколько раз теплой дистиллированной водой до нейтральной реакции. Промытый силикагель сушат при температуре (150—180) °С до сыпучего состояния в сушильном шкафу.

Хранят в чистой ёмкости с пришлифованной пробкой.

9.2.9. Соляная кислота 5 % раствор.

5 % раствор соляной кислоты готовят путём осторожного добавления 11,6 см^3 концентрированной соляной кислоты в колбу с небольшим количеством дистиллированной воды (60—70) см^3. Объём раствора доводят до 100 см^3 дистиллированной водой.

9.3. Подготовка прибора

Подготовку фотоэлектроколориметра проводят в соответствии с руководством по его эксплуатации.

9.4. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику, выражающую зависимость оптической плотности раствора от массы акролеина, устанавливают по шести сериям растворов из пяти параллельных определений в каждой серии согласно табл. 2.

В каждую пробирку помещают 1,2 см^3 силикагеля и вносят согласно табл. 2 определённые объёмы стандартного раствора акролеина № 1 с помощью пипетки вместимостью 1 см^3 для растворов № 2—6 и пипеткой на 2 см^3 для раствора № 7. Раствор соляной кислоты 1 : 300 вносится пипеткой вместимостью 10 см^3.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении акролеина

Номер градуировочного раствора	Объём силикагеля, см^3	Объём рабочего стандартного раствора акролеина № 1 с массовой концентрацией 10 мкг/см^3, см^3	Объём раствора соляной кислоты 1 : 300, см^3	Содержание акролеина в 6,5 см^3 градуировочного раствора, мкг
1	1,2	0	6,5	0
2		0,1	6,4	1
3		0,2	6,3	2
4		0,4	6,1	4
5		0,6	5,9	6
6		1,0	5,5	10
7		1,4	5,1	14

Пробирки встряхивают в течение 10 мин. Затем, из каждой пробирки, из отстоявшегося над силикагелем слоя жидкости, отбирают пипеткой вместимостью 5 см^3 по 2,5 см^3 раствора. Затем во все пробирки приливают последовательно пипеткой вместимостью 1 см^3 по 0,2 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 4) по объёму, 0,2 см^3 0,3 % раствора нитрита натрия и 1,5 см^3 сульфанилата натрия пипеткой вместимостью 2 см^3. Через (1,5—2) мин приливают во все пробирки по 1 см^3 серной кислоты (1 : 4) по объёму с помощью пипетки вместимостью 5 см^3.

Градуировочные растворы устойчивы в течение суток.

Оптическую плотность градуировочных растворов измеряют на фотоэлектроколориметре при длине волны 440 нм (с синим светофильтром) в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения не содержащему исследуемого вещества.

Результаты измерений заносят в табл. 3.

Таблица 3

Результаты измерений градуировочных растворов

Содержание акролеина, x_i, мкг/см^3	Оптическая плотность растворов (m параллельных измерений)					$\bar{y}_m = \frac{\sum_{i=1}^{m} y_i}{m}$	$x_i \cdot \bar{y}_m$	x_i^2
	y_1	y_2	y_3	...	y_m			
x_1								
...								
x_n								
$\sum_{i=1}^{n} x_i$						$\sum_{i=1}^{n} \bar{y}_m$	$\sum_{i=1}^{n} x_i \cdot \bar{y}_m$	$\sum_{i=1}^{n} x_i^2$

9.4.1. Построение градуировочной характеристики

Градуировочная характеристика представляет собой прямую линию, строится по методу наименьших квадратов (для достижения требуемой точности МВИ) и выражается уравнением:

$$y = a + в \cdot x, \text{ где} \qquad (3)$$

y – измеренное значение оптической плотности градуировочного раствора;

a и $в$ – коэффициенты регрессии;

x – масса акролеина в градуировочном растворе, мкг.

Коэффициенты *а* и *в* рассчитывают по формулам:

$$a = \frac{\sum_{i=1}^{n} x_i^2 \cdot \sum_{i=1}^{n} \bar{y}_m - \sum_{i=1}^{n} x_i \cdot \sum_{i=1}^{n} x_i \cdot \bar{y}_m}{n \cdot \sum_{i=1}^{n} x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} x_i\right)^2}, \quad (4)$$

$$в = \frac{n \cdot \sum_{i=1}^{n} x_i \cdot \bar{y}_m - \sum_{i=1}^{n} x_i \cdot \sum_{i=1}^{n} \bar{y}_m}{n \cdot \sum_{i=1}^{n} x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} x_i\right)^2}, \text{ где} \quad (5)$$

n – количество измеряемых концентраций градуировочных растворов акролеина;

m – количество параллельных измерений для одной концентрации градуировочного раствора акролеина;

$\bar{y}_m$ – среднее арифметическое значение оптической плотности *m* измерений.

Полученные коэффициенты *а* и *в* подставляют в формулу (3) и рассчитывают

$$\left.\begin{aligned} y_1^{теор} &= a + в \cdot x_1 \\ y_n^{теор} &= a + в \cdot x_n \end{aligned}\right\} \quad (6)$$

На основании полученных данных строят градуировочную характеристику.

Для этого на оси абсцисс откладывают значения *x*, мкг – содержание акролеина в растворе, указанные в табл. 3, а на оси ординат – $y^{теор}$ – значения оптической плотности растворов, найденные по формуле (6).

9.4.2. Контроль стабильности градуировочной характеристики проводится при смене основных реактивов, используемых для анализа, при освоении методики новым исполнителем, при неудовлетворительных результатах внутрилабораторного оперативного контроля или внешнего контроля качества, но не реже 1 раза в три месяца.

Для контроля стабильности используют градуировочные растворы, приготовленные по 9.4 с содержанием акролеина 1,0; 6,0; 14,0 мкг. Измерение каждого градуировочного раствора проводят не менее трёх раз.

Стабильность градуировочной характеристики признают удовлетворительной, если для каждого градуировочного раствора выполняется условие:

$$\left|\overline{X} - C\right| \le 1,64 \cdot \frac{\sigma_Г}{\sqrt{к}}, \text{ мкг, } P = 0,90, \text{ где} \qquad (7)$$

$\overline{X}$ – среднеарифметический результат определения содержания акролеина в градуировочном растворе, по имеющейся градуировочной характеристике, мкг;

C – содержание акролеина в градуировочном растворе, установленное при его приготовлении, мкг;

$\sigma_Г$ – предел воспроизводимости, обусловленный нестабильностью градуировочной характеристики, мкг, который рассчитывают по формуле:

$$\sigma_Г = \frac{\delta \cdot C \cdot 0,84}{1,96}, \text{ мкг, где} \qquad (8)$$

δ – доверительные границы относительной погрешности ($\delta = 0,24$), отн. единицы (табл. 1);

n – число измерений градуировочного раствора определенной концентрации при контроле стабильности градуировочной характеристики ($n \ge 3$).

Контроль стабильности градуировочной характеристики может быть выполнен только для того диапазона измерений, в котором реализуется данная методика анализа в конкретной лаборатории.

Для контроля стабильности в данном случае выбираются три точки диапазона измерений, соответствующие (7,5 ± 2,5) %, (50 ± 5) %, (95 ± 5) % этого диапазона.

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 градуировочной характеристики её устанавливают заново.

Периодичность построения градуировочной характеристики устанавливается по результатам контроля её стабильности, но не реже одного раза в год.

9.5. Отбор проб воздуха

Перед отбором проб проводится подготовка концентрационных трубок.

Сухие, стеклянные трубки с внутренним диаметром 3 мм, длиной 100 мм заполняют 1,2 см^3 чистого силикагеля с фракцией зерен (0,25—0,5) мм, удерживаемого тампонами из стекловолокна. Концы трубки закрывают заглушками.

Отбор проб проводят с учетом требований ГОСТ 12.1.005 и Р 2.2.2006—05 (прилож. 9, обязательное, п. 2).

Воздух с объемным расходом 0,5 дм^3/мин аспирируют через стеклянную трубку, заполненную силикагелем. Для измерения ½ ПДК акролеина следует отобрать 10 дм^3 воздуха. После отбора пробы концы трубки закрывают заглушками. Пробы сохраняются одни сутки в холодильнике при температуре плюс 4 °С.

10. Выполнение измерений

После отбора пробы (по 9.5) из стеклянной трубки высыпают силикагель в пробирку, приливают 6,5 см^3 раствор соляной кислоты 1 : 300, энергично встряхивают в течение 10 мин. Из отстоявшегося над силикагелем слоя жидкости отбирают по 2,5 см^3 в две колориметрические пробирки.

Затем в одну из пробирок добавляют 1,5 см^3 сульфанилата натрия и выдерживают (5—7) мин для приведения акролеина в недеятельный комплекс. После этого в пробирку приливают последовательно 0,2 см^3 раствора соляной кислоты (1 : 4) по объёму, 0,2 см^3, 0,3 % раствора нитрита натрия. Через 1,5—2 мин добавляют 1 см^3 серной кислоты, разбавленной 1 : 4. Этот раствор служит раствором сравнения при измерении пробы.

Использование в качестве раствора сравнения части пробы, позволяет устранить мешающее действие других соединений, способных к образованию окрашенных продуктов с диазотированной сульфаниловой кислотой. Предварительное добавление сульфанилата натрия позволяет связывать только акролеин и кротоновый альдегид. Остальные альдегиды в щелочной среде не связываются, поэтому раствор сравнения имеет меньшую оптическую плотность, чем рабочий раствор.

Во вторую пробирку приливают 0,2 см^3 соляной кислоты 1 : 4, 0,2 см^3 0,3 % раствора нитрита натрия и 1,5 см^3 сульфанилата натрия. Через 1,5—2 мин добавляют 1 см^3 серной кислоты 1 : 4.

Оптическую плотность раствора пробы измеряют на фотоэлектроколориметре при длине волны 440 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм, применяя синий светофильтр относительно раствора сравнения.

По измеренному значению оптической плотности, используя градуировочную характеристику, определяют соответствующее значение содержания акролеина в анализируемом объеме раствора.

11. Вычисление результатов измерений

Массовую концентрацию акролеина в воздухе (C, мг/м^3) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{a}{V_{20}}, \text{ где} \qquad (9)$$

a – содержание акролеина в анализируемом объеме пробы, найденное по градуировочной характеристике, мкг (коэффициент пересчёта на весь объём пробы не вводится, поскольку градуировочная характеристика готовится аналогичным образом);

V_{20} – объем воздуха, отобранный для анализа, дм^3, и приведенный к стандартным условиям.

Приведение объёма воздуха к стандартным условиям при температуре 293 К (20 °С) и атмосферном давлении 101,33 кПа (760 мм рт.ст.) производят по формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273 + t) \cdot 101{,}33}, \text{ где} \qquad (10)$$

V_t – объём воздуха, отобранный для анализа, дм^3;

P – барометрическое давление в месте отбора проб, кПа (101,33 кПа =760 мм рт.ст.);

t – температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

12. Оформление результатов измерений

Результат измерений в документах, предусматривающих его использование, представляют в виде:

$$\overline{C} \pm 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C} \text{ при } P = 0{,}95, \text{ где} \qquad (11)$$

$\overline{C}$ – среднее арифметическое значение результатов n определений, мг/м^3;

δ – границы относительной погрешности, % (табл. 1).

Результат измерений округляют до двух значащих цифр после запятой в диапазоне измерений (0,10—1,00) мг/м^3 и до одной значащей цифры – в диапазоне (1,0—1,4) мг/м^3.

Результаты измерений оформляют записью в журнале.

В случае, если значение массовой концентрации акролеина в воздухе рабочей зоны ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация акролеина в воздухе рабочей зоны менее 0,10 мг/м^3 (более 1,4 мг/м^3)».

13. 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. «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений», используя контроль стабильности среднеквадратического (стандартно-

го) отклонения промежуточной прецизионности по п. 6.2.3. 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.

14. Нормы затрат времени на анализ

Для проведения серии анализов из 6 проб требуется 2 ч 30 мин.

Библиография

1. ГОСТ 24104—2001. Весы лабораторные. Общие технические требования.

2. ГОСТ 7328—82. Меры массы общего назначения и образцовые. Технические условия.

3. ГОСТ 27544—87. Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические условия.

4. ГОСТ 6359—75. Барографы метеорологические анероидные.

5. ГОСТ 1770—74. Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.

6. ГОСТ 29169—91 (ИСО 648-77). Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой.

7. ГОСТ 13045—82. Ротаметры. Общие технические условия.

8. ГОСТ Р 51945—2002. Аспираторы. Общие технические условия.

9. ГОСТ 9932—75. Реометры стеклянные лабораторные. Технические условия.

10. ГОСТ 29227—93. Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Ч. 1. Общие требования.

11. ГОСТ 25336—82. Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.

12. ГОСТ 4168—79. Натрий азотнокислый. Технические условия.

13. ГОСТ 3118—77. Кислота соляная. Технические условия.

14. ГОСТ 5821—78. Кислота сульфаниловая. Технические условия.

15. ГОСТ 4204—77 (с изм. 1 и 2). Кислота серная. Технические условия.

16. ГОСТ 4328—77. Натрия гидроокись. Технические условия.

17. ГОСТ 3956—76. Силикагель технический. Технические условия

18. ГОСТ 10146—74. Ткани фильтровальные из стеклянных крученных комплексных нитей. Технические условия.

19. ГОСТ 12.0.004—90. Система стандартов безопасности труда. Организация обучения безопасности труда.

20. ГОСТ 12.1.019—79. Система стандартов безопасности труда. Электробезопасность. Общие требования.

21. ГОСТ 12.1.004—91.ССБТ. Пожарная безопасность. Общие требования.

22. ГОСТ 12.1.005—88.ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

23. ГОСТ 12.1.007—76. ССБТ. Вредные вещества. Классификация и общие требования безопасности.

24. ГОСТ 12.4.009—89.ССБТ. Пожарная техника для защиты объектов. Основные виды. Размещение и обслуживание.

25. ГОСТ Р 8.563—96 (с изм. 1 и 2). ГСИ. Методики выполнения измерений.

26. ГОСТ Р ИСО 5725—2002 (части 1—6). Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений.

27. ГН 2.2.5.1313—03. Химические факторы производственной среды. Предельно-допустимые концентрации (ПДК) вредных веществ в воздухе рабочей зоны. Гигиенические нормативы.

28. Р 2.2.2006—05. Гигиена труда. Руководство по гигиенической оценке факторов рабочей среды и трудового процесса. Критерии и классификация условий труда.

29. ТУ 3-3.1766—82. Колориметр фотоэлектрический.

30. ТУ 25-1819.0021—90. Секундомер.

31. ТУ 25.1607.054—85. Психрометр аспирационный.

32. ТУ 6-09-3972—75. Акролеин.

33. ТУ 4215-008-39906142—02. Прибор для отбора проб воздуха ПА-300М.

34. ТУ 6-05-1632—73. Трубки полихлорвиниловые.

35. ТУ ИНФ 2.840.000. Анализаторы жидкости лабораторные АНИОН 4100.

36. ТУ 16-681.139—86. Шкаф сушильный электрический типа СНОЛ.

37. ТУ 4215-008-39906142. Прибор для отбора проб воздуха типа ПА-40 М.

38. ГОСТ 12.1.016—79 (с изм. 1). Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ.

39. МУ 2719—83. Методические указания по фотометрическому определению акролеина в воздухе.

gost.e-ecolog.ru