Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций диоксида серы (сернистый ангидрид) в воздухе рабочей зоны по реакции с фуксинформальдегидным реактивом методом фотометрии

Методические указания
МУК 4.1.2471—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 диоксида серы (сернистый ангидрид) в воздухе рабочей зоны по реакции с фуксинформальдегидным реактивом методом фотометрии

Методические указания
МУК 4.1.2471—09

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** массовых концентраций диоксида серы (сернистый ангидрид) в воздухе рабочей зоны по реакции с фуксинформальдегидным реактивом 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 № 1642-77 «Методические указания на определение сернистого ангидрида в воздухе», утв. 21.12.1987 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 диоксида серы (сернистый ангидрид) в воздухе рабочей зоны по реакции с фуксинформальдегидным реактивом методом фотометрии

Методические указания МУК 4.1.2471—09

1. Общие положения и область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нём диоксида серы методом фотометрии в диапазоне массовых концентраций от 5,0 до 125,0 мг/м^3.

Погрешности измерений соответствуют характеристикам, приведенным в табл. 1.

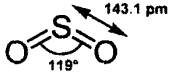
Методические указания разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.016—79 «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ» (с изм. 1), ГОСТ 12.1.005—88 «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны» (с изм. 1), ГОСТ Р 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 диоксида серы в воздухе рабочей зоны по реакции с фуксинформальдегидным реактивом методом фотометрии предназначены для лабораторий «ФГУЗ ЦГиЭ», санитарных лабораторий промышленных предприятий

при осуществлении контроля за содержанием диоксида серы 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: O_2S.

2.3. Молекулярная масса: 64,07.

2.4. Регистрационный номер CAS: 7446-09-5.

2.5. Физико-химические свойства.

Диоксид серы – бесцветный газ с характерным резким запахом, который не поддерживает горение и сам не горит.

Вес 1 дм^3 газообразного диоксида серы 2,9256 г.

Плотность по отношению к воздуху 2,264.

Температура плавления минус 75,5 °С, температура кипения минус 10,1 °С.

Хорошо растворим в воде: в 1 дм^3 воды при температуре 20 °С растворяется 39,4 дм^3 диоксида серы. Водный раствор имеет кислую реакцию. Растворим в метиловом и этиловом спиртах, в эфире, уксусной и серной кислотах. Диоксид серы обладает восстановительными свойствами.

Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.6. Токсикологическая характеристика

Диоксид серы вызывает раздражение дыхательных путей и глаз, *насморк*, *кашель*, *охриплость*, першение в горле, *удушье*, расстройство речи, затруднение глотания, *рвоту*; возможен острый *отёк лёгких*.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) диоксида серы в воздухе рабочей зоны 10,0 мг/м^3.

Диоксид серы относится к веществам третьего класса опасности.

3. Метрологические характеристики методики выполнения измерений

При соблюдении всех регламентных условий и проведении анализа в точном соответствии с данной методикой погрешность (и ее составляющие) результатов измерений, при доверительной вероятности $P = 0,95$, не превышают значений, приведенных в табл. 1, для соответствующих диапазонов измерений.

Таблица 1

Метрологические характеристики методики выполнения

Диапазон измерений массовых концентраций диоксида серы, мг/м^3	Доверительные границы относительной погрешности $\pm\delta$, % отн.	Предел повторяемости r_δ, % отн.	Предел воспроизводимости R_δ, % отн.
От 5,0 до 100,0 вкл.	24	21	22
Св. 100,0 до 125,0 вкл.	21	12	19

4. Метод измерений

Измерение массовых концентраций диоксида серы выполняют методом фотометрии.

Определение диоксида серы основано на образовании окрашенного продукта в результате реакции определяемого вещества с фуксинформальдегидным реактивом.

Измерение проводят на фотоэлектроколориметре при длине волны 540 нм, используя зеленый светофильтр.

Отбор проб проводят с концентрированием диоксида серы в поглотительные приборы Зайцева, заполненные поглотительным раствором.

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

Нижний предел измерения массовой концентрации диоксида серы в воздухе – 5,0 мг/м^3 (при отборе 0,4 дм^3 воздуха).

Оксиды азота и другие окислители мешают определению.

5. Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

5.1. Средства измерений

Колориметр фотоэлектрический типа КФК-3	ТУ 3-3.1766—82, Госреестр № 11598-02
Весы лабораторные высокого (II) класса точности с пределом взвешивания 200 г	ГОСТ 24104—2001, Госреестр № 19874-02
Гири, набор (1—100) г	ГОСТ 7328-2001
Термометр с ценой деления 1 °С	ГОСТ 27544—87, Госреестр № 251-90
Барометр-анероид	ГОСТ 6359—75, Госреестр № 5738-76
Психрометр аспирационный МВ-4М	ТУ 25.1607.054—85, Госреестр № 10069-01
Бюретки 2-25-0,1	ГОСТ 29251—91

pH-метр (иономер)	ТУ ИНФ2.840.000 Госреестр № 20802-01
Прибор для отбора проб воздуха типа ПА-40М-1	ГОСТ Р 51945—2002; ТУ 4215-008-39906142, Госреестр № 21456-06
Ротаметр (реометр)	ГОСТ 13045—81 (ГОСТ 9932—75) Госреестр № 28557-05
Колбы мерные 2-10-2; 2-100-2; 2-1000-2	ГОСТ 1770—74
Цилиндры 2-2-100; 1-2-50	ГОСТ 1770—74
Пипетки 1-1-1-0,5; 1-1-2-1; 1-1-2-2; 1-1-2-5; 1-1-2-10; 1-1-1-25	ГОСТ 29227—91
Секундомер типа СОПпр-2а	ТУ-25-1819.0021 Госреестр № 11519-01
Микропипетки вместимостью 0,1 $см^3$, 2 класс точности	ГОСТ 29169—91

5.2. Вспомогательное оборудование

Зажим медицинский	МРТУ 42964-64
Трубка резиновая медицинская	ГОСТ 3399—76
Заглушки стеклянные	ГОСТ 25336—82
Пробирки колориметрические П-2-10-14/23ХС	ГОСТ 1770—74
Колбы конические Кн-1-250-14/23ТС	ГОСТ 25336—82
Ступка фарфоровая	ГОСТ 9147—80
Поглотительные приборы Зайцева	ТУ 25-11-1081—75
Стаканчики для взвешивания	ГОСТ 25336—82
Фильтр обеззоленный бумажный «синяя лента»	ТУ 6-09-1678—77

5.2. Реактивы и материалы

Натрий сернистокислый кристаллический семиводный (сульфит натрия), чда	ГОСТ 195—77
Кислота серная, хч, удельный вес 1,84 $г/см^3$	ГОСТ 4204—77
Фуксин основной, чда	МРТУ 6-09-5809
Формалин технический, чда	ГОСТ 1625—89
Натрий гидроксид, чда	ГОСТ 4328—77
Трилон Б (динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты), чда	ГОСТ 10652—73
Этиловый спирт, ч	ГОСТ 18300—87
Натрий хлористый, хч	ГОСТ 4233—77
Кислота соляная, хч, удельный вес 1,19 $г/см^3$	ГОСТ 3118—77
Ртуть хлористая (II) (хлорная), хч или чда	МРТУ 6-09-5322—68 или ТУ 6-09-3797—74

Ртуть окись (II) желтая, чда ГОСТ 5230—74
Вода дистиллированная ГОСТ 6709—72

Допускается применение других средств измерений, вспомогательного оборудования, реактивов и материалов с техническими и метрологическими характеристиками и квалификаций не хуже 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 12.005.

6.2. Требования техники безопасности при работе со ртутью и ее соединениями по ГОСТ 12.3.031.

6.3. Меры противопожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009 при работе с горючими и вредными веществами;

6.4. Требования электробезопасности при работе с фотоэлектроколориметром по ГОСТ 12.1.019 и инструкцией по эксплуатации прибора;

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

6.6. 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.

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

6.8. Работы, связанные с диоксидами серы, следует проводить в соответствии с правилами безопасной работы в химической лаборатории и инструкцией по технике безопасности для работников химической лаборатории предприятия.

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. *Исходный стандартный раствор диоксида серы.*

Для приготовления исходного стандартного раствора сульфита натрия с массовой концентрацией диоксида серы 100 мкг/см^3 растворяют 0,1968 г сульфита натрия в 1 дм^3 поглотительного раствора.

Раствор готовят в день анализа.

9.2.2. *Рабочий стандартный раствор диоксида серы.*

Рабочий стандартный раствор с массовой концентрацией диоксида серы 10 мкг/см^3 готовят растворением 10 см^3 исходного стандартного раствора, используя пипетку вместимостью 10 см^3, в мерной колбе вместимостью 100 см^3 поглотительным раствором.

Раствор готовят в день анализа.

9.2.3. *Поглотительный раствор.*

Поглотительный раствор готовят из хлорной ртути (первый вариант) или окиси ртути желтой (второй вариант).

1 вариант.

Растворяют 27,2 г хлорной ртути, 11,7 г хлористого натрия и 0,1 г Трилона Б в 1 дм^3 дистиллированной воды.

2 вариант.

8,66 г окиси ртути, 4,68 г хлористого натрия и 0,066 г Трилона Б растворяют в 80 см^3 1 Н раствора соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 500 см^3, доводят раствор дистиллированной водой до метки и оставляют на сутки.

Избыток соляной кислоты нейтрализуют 0,1 Н раствором гидроксида натрия.

Для этого 50 см^3 полученного раствора оттитровывают 0,1 Н раствором гидроксида натрия, затем, к оставшимся 450 см^3 раствора прили-

вают соответствующее количество гидроксида натрия необходимое для нейтрализации соляной кислоты. Общий объем жидкости доводят до 900 см^3 дистиллированной водой.

Раствор отфильтровывают через бумажный фильтр «Синяя лента» и измеряют pH раствора. Эта величина должна быть в интервале 5,4-6,4.

9.2.4. *Гидроксид натрий, 0,1 Н раствор.*

0,1 Н раствор гидроксида натрия готовят готовят растворением 4 г вещества в мерной колбе вместимостью 1 дм ^{3} в дистиллированной воде.

9.2.5 *Соляная кислота, 0,1 Н раствор.*

1 Н раствор соляной кислоты готовят растворением 84,4 см^3 соляной кислоты удельного веса 1,19 г/см^3 в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 в дистиллированной воде.

9.2.6. *Фуксинформальдегидный реактив.*

10 частей свежеприготовленного фуксина смешивают с 1 частью 2 % раствора формалина. Раствор используют свежеприготовленным.

9.2.7. *Фуксин основной.*

Фуксин основной готовят растворением 0,65 г фуксина основного специальной обработки (с маркой «для фуксинсернистой кислоты»), растирают в ступке и переносят в колбу, добавляют 22 см^3 этилового спирта и после растворения навески разбавляют раствор 100 см^3 дистиллированной воды, медленно при охлаждении добавляют 60 см^3 концентрированной серной кислоты удельного веса 1,84 г/см^3 и осторожно объем доводят дистиллированной водой до 1 дм^3.

9.2.8. *Формалин, 2 % раствор.*

2 % раствор формалина готовят из 40 % раствора. Объем необходимый для приготовления 100 см^3 2 % раствора формалина рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C_1 \cdot \rho_1 \cdot 100}{C_2 \cdot \rho_2}, \text{ где} \qquad (1)$$

X – объем 40 % формалина, необходимый для приготовления 100 см^3 2 % раствора, см^3;

C_1 – концентрация получаемого раствора формалина, %;

ρ_1 – плотность получаемого 2 % раствора формалина, (ρ = 1,005 г/см^3);

C_2 – концентрация исходного раствора формалина, %;

P_2 – плотность исходного 40 % раствора формалина, (ρ = 1,111 г/см^3).

Нужный объем 40 % формалина отмеряют пипеткой, вносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3 и доводят до метки дистиллированной водой.

В табл. 2 представлены данные зависимости массовой доли формалина от его плотности.

Таблица 2

Плотность водных растворов формалина

Плотность раствора, г/см^3	1,002	1,005	1,028	1,043	1,056	1,071	1,085	1,090
Массовая доля формалина, %	1	2	10	15	20	25	30	32
Плотность раствора, г/см^3	1,096	1,102	1,106	1,111	1,116	1,124	1,139	
Массовая доля формалина, %	34	36	38	40	42	45	50	

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 массовой доли диоксида серы, устанавливают по шести сериям растворов из пяти параллельных определений для каждой серии согласно табл. 3.

Таблица 3

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении сероводорода

Номер градуировочных растворов	1	2	3	4	5	6	7
Объем рабочего стандартного раствора диоксида серы с массовой концентрацией 10 мкг/см^3, см^3	0	0,1	0,25	0,5	1,0	1,5	2,5
Объем поглотительного раствора, см^3	3,00	2,90	2,75	2,50	2,0	1,50	0,50
Содержание диоксида серы в градуировочных растворах, мкг	0	1,0	2,5	5,0	10,0	15,0	25,0

Во все пробирки вносят соответствующие объемы стандартного раствора диоксида серы согласно табл. 3. Раствор № 2 готовят с помощью пипетки вместимостью 0,1 см^3; растворы № 3 и № 5 – пипетки вместимостью 1 см^3; растворы № 6 и № 7 – пипетки вместимостью 5 см^3.

Объём жидкости в пробирках доводят до 3 см^3 поглотительным раствором, затем приливают по 2 см^3 фуксинформальдегидного реактива, содержимое пробирок тщательно перемешивают и оставляют на 20 мин для развития окраски.

Фиолетовые растворы фотометрируют на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром при длине волны 540 нм в кювете с толщиной поглотительного слоя 10 мм, по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (раствор 1 по табл. 3).

Градуировочные растворы используют свежеприготовленными.

Результаты измерений заносят в табл. 4.

Таблица 4

Результаты измерений градуировочных растворов

Содержание диоксида серы, x_i, мкг	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:

$$y = a + в \cdot x, \text{ где} \qquad (2)$$

y – измеренное значение оптической плотности градуировочного раствора;

a и $в$ – коэффициенты регрессии;

x – содержание диоксида серы в градуировочном растворе, мкг.

Коэффициенты a и $в$ рассчитывают по формулам:

$$a = \frac{\sum_{i=1}^{n} x_i^2 \cdot \sum_{i=1}^{n} \bar{y}_m - \sum_{i=1}^{n} x_i \cdot \sum_{i=1}^{n} x_i \cdot \bar{y}_m}{n \cdot \sum_{i=1}^{n} x_i^2 - \left(\sum_{i=1}^{n} x_i\right)^2}, \qquad (3)$$

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

n – количество градуировочных растворов;

m – количество параллельных измерений для одного градуировочного раствора диоксида серы;

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

Полученные коэффициенты *а* и *в* подставляют в формулу (2) и рассчитывают

$$\left.\begin{aligned} y_1^{теор} &= a + в \cdot x_1 \\ y_n^{теор} &= a + в \cdot x_n \end{aligned}\right\} \quad (5)$$

На основании полученных данных строят градуировочную характеристику.

Для этого на оси абсцисс откладывают значения *x*, мкг – содержание диоксида серы в градуировочном растворе, указанные в табл. 4, а на оси ординат – $y^{теор}$ – значения оптической плотности растворов, найденные по формулам (5).

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.

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

Для контроля стабильности используют градуировочные растворы, приготовленные по п. 9.4 с содержанием диоксида серы 1,0; 10,0; 25,0 мкг.

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

$$\left|\overline{X} - C\right| \le 1{,}64 \cdot \frac{\sigma_Г}{\sqrt{n}}, \text{ мкг, } P = 0{,}90, \text{ где} \quad (6)$$

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

С – содержание диоксида серы в градуировочном растворе, установленное при его приготовлении, мкг;

$\sigma_Г$ – показатель внутрилабораторной прецизионности, обусловленный нестабильностью градуировочной характеристики, мкг, который рассчитывают по формуле:

$$\sigma_Г = \frac{\delta \cdot C \cdot 0{,}84}{1{,}96}, \text{ мкг, где} \quad (7)$$

δ – доверительные границы относительной погрешности, отн. единицы;

n – число измерений градуировочного раствора определенной концентрации ($n \ge 3$).

Контроль стабильности градуировочной характеристики может быть выполнен только для того диапазона концентраций, в котором реализуется данная методика анализа в конкретной лаборатории. В этом случае контроль стабильности ведется в трех точках диапазона измерения концентраций, реализуемого в лаборатории, соответствующих (7,5 ± 2,5), (40 ± 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.

9.5. Отбор проб воздуха

Отбор проб проводят с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 и Р 2.2.2006—05 (прилож. 9, обязательное, п. 2).

Воздух с объемным расходом 0,2 $дм^3$/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных прибора Зайцева, заполненных по 6 $см^3$ поглотительного раствора. Для измерения ½ $ПДК_м$ диоксида серы следует отобрать 0,4 $дм^3$ воздуха. Отобранные пробы анализируются в день отбора.

10. Выполнение измерений

Отобранную пробу в лаборатории выдерживают не менее одного часа до тех пор, пока температура поглотительного раствора не достигнет комнатной температуры.

Растворы из поглотительных приборов переносят в пробирки, объем доводят до 6 $см^3$ поглотительным раствором, 3 $см^3$ пробы из каждого поглотительного прибора анализируют отдельно, после чего полученные результаты суммируют.

К 3 $см^3$ пробы приливают по 2 $см^3$ фуксинформальдегидного реактива, растворы перемешивают и через 20 мин фотометрируют при длине волны 540 нм, используя зеленый светофильтр в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к холостой пробе.

По величине оптической плотности, используя формулу (2), определяют количество диоксида серы в анализируемом объеме раствора, взятого на анализ.

11. Вычисление результатов измерений

Концентрацию диоксида серы в воздухе (C, мг/$м^3$) рассчитывают для каждого поглотительного прибора по формуле:

$$C = \frac{a \cdot b}{в \cdot V_{20}}, \text{ где} \qquad (8)$$

a – содержание диоксида серы в анализируемом объеме раствора, найденное или рассчитанное по градуировочной характеристике, мкг;

b – общий объем раствора пробы, см^3;

$в$ – объем раствора пробы, используемый для анализа, см^3;

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

Растворы из каждого поглотительного прибора анализируют отдельно, полученные результаты суммируют.

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

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot 293 \cdot P}{(273 + t) \cdot 101{,}33}, \text{ где} \qquad (9)$$

V_t – объем 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:

$$\overline{C} \pm 0{,}01 \cdot \delta \cdot \overline{C} \text{ при } P = 0{,}95, \qquad (10)$$

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

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

Числовое значение результатов измерений округляют до одной значащей цифры после запятой в диапазоне измерений (5—100) мг/м^3 и до целых единиц – в диапазоне (100—125) мг/м^3.

Результаты измерений оформляют записью в журнале.

В случае, если значение массовой концентрации диоксида серы в воздухе рабочей зоны ниже нижней (выше верхней) границы диапазона измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация диоксида серы в воздухе рабочей зоны менее 5,0 мг/м^3 (более 125 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 (стандартного) отклонения промежуточной прецизионности по п. 6.2.3. Проверку стабильности осуществляют с применением контрольных карт Шухарта.

Периодичность контроля стабильности результатов выполняемых 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 Р 51945—2002. Аспираторы. Общие технические условия.

7. ГОСТ 13045—81. Ротаметры. Общие технические условия.

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

9. ГОСТ 6709—72. Вода дистиллированная. Технические условия.

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

11. ГОСТ 29251—91. Приборы мерные лабораторные стеклянные. Бюретки, пипетки. Технические условия.

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

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

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

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

16. ГОСТ 12.1.005—88 (с изм. 1). ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.

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

18. ГОСТ 12.3.031—83. ССБТ. Работы со ртутью. Требования безопасности.

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

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

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

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

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

24. ГОСТ 3399—76. Трубки медицинские резиновые. Технические условия.

25. ГОСТ 195—77. Реактивы. Натрий сернистокислый. Технические условия.

26. ГОСТ 9147. Посуда и оборудование лабораторные и фарфоровые. Технические условия.

27. ГОСТ 1625—89. Формалин технический. Технические условия.

28. ГОСТ 4204—77. Реактивы. Кислота серная. Технические условия.

29. ГОСТ 18300—87. Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия.

30. ГОСТ 4233—77. Реактивы. Натрий хлористый. Технические условия.

31. ГОСТ 5230—77. Реактивы. Ртуть окись жёлтая. Технические условия.

32. ГОСТ 4328—77. Реактивы. Натрия гидроокись. Технические условия.

33. ГОСТ 3118—77. Реактивы. Кислота соляная. Технические условия.

34. ГОСТ 10652—73. Реактивы. Соль динатриевая этилендиамин-N,N,N,N-тетрауксусной кислоты, 2-водная (трилон Б). Технические условия.

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

36. МРТУ 42964—64. Зажим медицинский.

37. ТУ 25.1607.054—85. Психрометр аспирационный.

38. ТУ 25-11-1081—75. Поглотители.

39. МРТУ 6-09-5809. Фуксин основной.

40. ТУ 6-09-3797—74. Ртуть двухлористая. Квалификация чда.

41. МРТУ 6-09-5322—68. Ртуть хлорная. Квалификация хч.

42. ТУ 25-1819.0021—90. Секундомер.

43. ТУ 4215-008-3906142—02. Прибор для отбора проб воздуха типа ПА-40М.

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

45. МУ № 1642—77. Методические указания на определение сернистого ангидрида в воздухе.

gost.e-ecolog.ru