Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение массовых концентраций оксида и диоксида азота в воздухе рабочей зоны по реакции с реактивом Грисса–Илосвая методом фотометрии

Методические указания
МУК 4.1.2473—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 оксида и диоксида азота в воздухе рабочей зоны по реакции с реактивом Грисса-Илосвая методом фотометрии

Методические указания
МУК 4.1.2473—09

ББК 51.21
И37

И37 **Измерение** массовых концентраций оксида и диоксида азота в воздухе рабочей зоны по реакции с реактивом Грисса – Илосвая 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 № 4751-88 «Методические указания по фотометрическому измерению концентраций оксида и диоксида азота в воздухе рабочей зоны» утв. 12.12.1988 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 оксида и диоксида азота в воздухе рабочей зоны по реакции с реактивом Грисса–Илосвая методом фотометрии

Методические указания МУК 4.1.2473—09

1. Общие положения и область применения

Настоящие методические указания устанавливают методику количественного химического анализа воздуха рабочей зоны для определения в нём оксида и диоксида азота методом фотометрии в диапазоне массовых концентраций от 1,0 до 20,0 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 (с изм. 1) «ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.», 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 оксида азота и диоксида азота в воздухе рабочей зоны методом фотометрии предназначены для лабораторий «ФГУЗ ЦГиЭ», санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием оксида и диоксида азота в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов и других заинтересованных министерств и ведомств.

2. Характеристика вещества

2.1. Оксид азота.

2.1.1. Структурная формула: N – O

2.1.2. Эмпирическая формула: NO

2.1.3. Молекулярная масса: 30,01.

2.1.4. Регистрационный номер CAS: 10102-43-9

2.1.5. Физико-химические свойства.

Оксид азота – газ без цвета и запаха.

Плотность 1,3402 г/дм^3.

Температура плавления минус 163,7 °С, температура кипения минус 151,8 °С.

Оксид азота окисляется кислородом воздуха до диоксида азота, крайне незначительно растворяется в воде.

Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.1.6. Токсикологическая характеристика

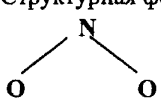
Оксид азота – кровяной яд, переводит оксигемоглобин в метгемоглобин.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) оксида азота в воздухе рабочей зоны установлена, как максимальная предельно-допустимая концентрация (ПДК$_м$) азота оксидов (в пересчете на диоксид азота) в воздухе рабочей зоны, которая составляет 5,0 мг/м^3.

Класс опасности азота оксидов – 3.

2.2. Диоксид азота

2.2.1. Структурная формула:



2.2.2. Эмпирическая формула: NO_2

2.2.3. Молекулярная масса: 46,01

2.2.4. Регистрационный номер CAS: 10102-44-0.

2.2.5. Физико-химические свойства

Диоксид азота – газ желто-бурого цвета с резким запахом.

Плотность 1,491 г/дм^3 (при 0 °С).

Температура плавления минус 11,2 °С, температура кипения минус 20,7 °С. При температуре выше 150 °С диоксид азота диссоциирует на оксид азота и кислород.

Растворяется в воде, взаимодействует с ней.

Агрегатное состояние в воздухе – пары.

2.2.6. Токсикологическая характеристика

Диоксид азота обладает выраженным раздражающим действием на дыхательные пути, что может привести к тяжелым случаям отека легких. Диоксид азота обладает и общетоксическим действием.

Предельно допустимая концентрация (ПДК) диоксида азота в воздухе рабочей зоны 2,0 мг/м^3.

Класс опасности – 3.

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 соответствующего диапазона изменений.

Таблица 1

Метрологические характеристики методики выполнения измерений

Диапазон измерений массовых концентраций диоксида азота, мг/м^3	Доверительные границы относительной погрешности $\pm \delta$, % отн.	Предел повторяемости r_δ, % отн.	Предел воспроизводимости, R_δ, % отн.
от 1,0 до 20,0 вкл.	23	8	20

4. Метод измерений

Содержание оксида и диоксида азота определяют фотометрическим методом путем измерения оптической плотности азокрасителя красно-розового цвета, полученного в результате следующих реакций:

- окисление оксида азота II (NO) до диоксида азота IV (NO_2) в момент отбора пробы;
- взаимодействие диоксида азота IV (NO_2) с йодидом калия с образованием азотистокислого калия (KNO_2);
- взаимодействие азотистокислого калия с реактивом Грисса-Илосвая.

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

Отбор проб проводят с концентрированием оксидов азота в поглотительные приборы Петри, заполненные 8 % раствором йодида калия.

Нижний предел измерения содержания диоксида азота в фотометрируемом объеме – 0,5 мкг.

Нижний предел измерения массовой концентрации диоксида азота в воздухе – 1,0 мг/м^3 (при отборе 0,5 дм^3 воздуха).

Определению не мешают оксиды азота (I) и (III), оксиды серы, сероводород. Озон не мешает определению диоксида азота до концентраций, превышающих концентрации диоксида азота в 2—3 раза.

Мешают измерению нитросоединения, легко отщепляющие ион нитрата.

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 241042001, 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
Прибор для отбора проб воздуха типа ПА-40М-1	ГОСТ Р 51945—2002; ТУ 4215-008-39906142, Госреестр № 21456-06
Колбы мерные 2-100-2; 2-1000-2	ГОСТ 1770—74
Цилиндр мерный 1-250-2 или 3-250-2	ГОСТ 1770—74
Пипетки 1-2-2-1; 1-2-2-2; 1-2-2-5; 1-2-2-10	ГОСТ 29227—91
Секундомер типа СОПпр-2а	ТУ-25-1819.0021 Госреестр № 11519-01

5.2. Вспомогательное оборудование

Плитка электрическая с закрытой спиралью	ГОСТ 14919—83
Баня водяная	ТУ 64-1-2850—80
Заглушки стеклянные	ГОСТ 25336—82
Пробирки колориметрические П-2-10-14/23ХС	ГОСТ 1770—74
Колбы конические Кн-1-100,250-14/23ТС	ГОСТ 25336—82
Зажим медицинский	МРТУ 42964—64
Поглотительные приборы Петри (Зайцева)	ТУ 25-11-1081—75
Трубка резиновая медицинская	ГОСТ 3399—76
Воронка Бюхнера	ГОСТ 25336—82
Стеклянные палочки	ГОСТ 25336—82
Фильтровальная бумага	ТУ 2642-001-42624157

5.3. Реактивы и материалы

α-нафтиламин, хч	ТУ 6-09-07-1703
Кислота серная, осч, удельный вес 1,839 г/см^3	ГОСТ 4204—77
Калий йодистый (йодид калия), чда	ГОСТ 4232—74
Натрий азотистокислый (натрия нитрит), чда	ГОСТ 4168—79
Натрий сернистокислый, безводный, чда	ГОСТ 195—77
Кислота сульфаниловая, чда	ГОСТ 5821—78
Кислота уксусная, хч	ГОСТ 61—75
Вода дистиллированная	ГОСТ 6709—72
Калий марганцовокислый, хч	ГОСТ 20490—75
Стандартный образец нитрит-ионов 7А (ГСО 7021-93)	ГОСТ 8.315—97

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 12.1.005.

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

6.3. Требования электробезопасности при работе с фотоэлектроколориметром по ГОСТ 12.1.019 и инструкциями по эксплуатации приборов;

6.4. 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.

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

6.7. Работы, связанные с оксидами азота, 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. *Исходные стандартные растворы диоксида азота.*

Исходные стандартные растворы диоксида азота с массовой концентрацией 100 мкг/см^3 готовят одним из двух способов.

I способ: Исходный стандартный раствор диоксида азота с массовой концентрацией 100 мкг/см^3 готовят растворением (0,0150 ± 0,0001) г перекристаллизованного нитрита натрия 8 % раствором йодида калия в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

II способ: Исходный стандартный раствор диоксида азота с массовой концентрацией 100 мкг/см^3 готовят из ГСО 7021—93 ($C_{атт}$ = 1 мг/см^3) методом объёмного разбавления. Для этого вскрывают ампулу, содержимое выливают в сухой стакан, 5 см^3 стандартного образца нитрит ионов ($C_{атт}$ = 1 мг/см^3) переносят в мерную колбу вместимостью 50 см^3 с помощью пипетки вместимостью 5 см^3 и затем добавляют 8 % раствор йодида калия до метки. Получают исходный стандартный раствор диоксида азота с массовой концентрацией 100 мкг/см^3.

Растворы годны к применению в течение одного месяца, хранятся в темном прохладном месте при температуре плюс 4 °С.

9.2.2. *Рабочий стандартный раствор диоксида азота.*

Рабочий стандартный раствор с массовой концентрацией диоксида азота 1 мкг/см^3 готовят разбавлением 1 см^3 исходного стандартного раствора с массовой концентрацией диоксида азота 100 мкг/см^3 8 % раствором йодида калия в мерной колбе вместимостью 100 см^3.

Раствор используется свежеприготовленным.

9.2.3. *Йодид калия, 8 % раствор.*

8 % раствор йодида калия готовят растворением 80 г йодида калия в 0,92 дм^3 дистиллированной воды.

9.2.4. *Реактив Грисса-Илосвая*:

• 0,5 г сульфаниловой кислоты растворяют в 150 см^3 10 % раствора уксусной кислоты;

• 0,1 г α-нафтиламина растворяют в 20 см^3 дистиллированной воды и нагревают 2—3 мин на кипящей водяной бане до образования на дне колбы лиловой капли. Раствор декантируют и доводят до 150 см^3 10 % раствором уксусной кислоты (каплю не употреблять). Раствор хранят в темном стеклянном сосуде с притертой пробкой.

• перед употреблением оба раствора смешивают в отношении 1 : 1.

9.2.5. *Сернистокислый натрий, 0,01 Н раствор.*

0,01 Н раствор сернистокислого (безводного) натрия готовят растворением 0,063 г вещества в 100 см^3 дистиллированной воды (свежеприготовленный раствор).

9.2.6. *Серная кислота (1 : 2) по объёму.*

Раствор серной кислоты (1 : 2) по объему готовят растворением 25 см^3 серной кислоты в 50 см^3 дистиллированной воды. Серную кислоту следует осторожно приливать в дистиллированную воду.

9.2.7. *Калий марганцовокислый, 5 % раствор.*

5 % раствор калия марганцовокислого готовят растворением 5 г вещества в 95 см^3 дистиллированной воды.

9.2.8. *Окислительный раствор.*

К 20 см^3 5 % раствора марганцовокислого калия приливают 2 см^3 раствора серной кислоты (1 : 2) по объему. Этого количества окислительной смеси достаточно для отбора 10 проб воздуха. Реактив готовится в день отбора проб.

9.2.9. *Перекристаллизация нитрита натрия.*

163 г нитрита натрия растворяют в 100 см^3 дистиллированной воды, нагретой до кипения. Далее маточный раствор подвергают быстрому охлаждению с помощью льда или снега. Если кристаллы не выделяются, их образование можно вызвать потерев стеклянной палочкой о стенку сосуда. Выпавшие в осадок кристаллы отделяют путём фильтрования под ва-

куумом на воронке Бюхнера от маточного раствора. Отфильтрованный нитрит натрия высыпают на фильтровальную бумагу и сушат на воздухе.

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 диоксида азота, устанавливают по 6 сериям растворов из пяти параллельных определений для каждой серии согласно табл. 2.

Таблица 2

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении диоксида азота

Номер градуировочного раствора	1	2	3	4	5	6	7
Объем рабочего стандартного раствора с массовой концентрацией диоксида азота 1 мкг/см^3, см^3	0	0,5	1,0	3,0	5,0	7,0	10,0
Объем 8 % раствора йодида калия, см^3	10	9,5	9,0	7,0	5,0	3,0	0
Объем реактива Грисса-Илосвая, см^3	по 2,0 во все пробирки						
Объем 0,01 Н раствора сернистокислого натрия, см^3	по 0,1 во все пробирки						
Масса диоксида азота, мкг	0	0,5	1,0	3,0	5,0	7,0	10,0

Рабочие стандартные растворы № 2—3 готовят с помощью пипетки вместимостью 1 см^3, растворы № 4—5 – с помощью пипетки вместимостью 5 см^3, растворы № 6—7 – с помощью пипетки вместимостью 10 см^3.

В соответствии с табл. 2 в каждую пробирку вносят определенные объемы рабочего стандартного раствора диоксида азота, 8 % раствора йодида калия и реактива Грисса-Илосвая. Затем растворы перемешивают, через 20 мин добавляют по 0,1 см^3 раствора сернистокислого натрия в каждую пробирку и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром при длине волны 540 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 20 мм по отношению к раствору сравнения не содержащему определяемого вещества (раствор № 1 по табл. 2).

Результаты измерений заносят в табл. 3.

Таблица 3

Результаты измерений градуировочных растворов

Содержание диоксида азота, 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_i								
...								
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:

$$y = a + в \cdot x, \text{ где} \qquad (1)$$

y – измеренное значение оптической плотности градуировочного раствора;

a и $в$ – коэффициенты регрессии;

x – масса диоксида азота в градуировочном растворе, мкг.

Коэффициенты a и $в$ рассчитывают по формулам:

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

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

n – количество градуировочных растворов;

m – количество параллельных измерений для одного градуировочного раствора вещества;

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

Полученные коэффициенты *а* и *в* подставляют в формулу (1) и рассчитывают

$$\left.\begin{aligned} y_1^{meop} &= a + в \cdot x_1 \\ y_n^{meop} &= a + в \cdot x_n \end{aligned}\right\} \quad (4)$$

На основании полученных данных строят градуировочную характеристику.

Для этого на оси абсцисс откладывают значения x, мкг – массу диоксида азота в градуировочном растворе, указанные в табл. 3, а на оси ординат – y^{meop} – значения оптической плотности растворов, найденные по формуле (4).

9.4.2. Контроль стабильности градуировочной характеристики проводится при смене реактивов, используемых для анализа, при освоении методики новым исполнителем, при неудовлетворительных результатах внутрилабораторного оперативного контроля или внешнего контроля качества.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводится не реже одного раза в квартал или непосредственно перед проведением анализа, если анализ проводится реже, чем один раз в квартал.

Для контроля стабильности используют градуировочные растворы, приготовленные по п. 9.4 с содержанием диоксида азота 0,5; 5,0; 10,0 мкг.

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

$$\left|\overline{X} - C\right| \le 1,64 \cdot \frac{\sigma_{\Gamma}}{\sqrt{к}}, \text{ мкг, } P = 0,90, \text{ где} \quad (5)$$

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

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

$\sigma_{\Gamma}(\delta)$ – показатель внутрилабораторной прецизионности, обусловленный нестабильностью градуировочной характеристики, мкг, который рассчитывают по формуле:

$$\sigma_{\Gamma}(\delta) = \frac{\delta \cdot 0,84}{1,96} = \frac{\delta \cdot C \cdot 0,84}{1,96} = 0,09 \cdot C, \text{ где} \quad (6)$$

δ – доверительные границы относительной погрешности ($\delta = 0,23$), отн. единицы;

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

Контроль стабильности градуировочной характеристики может быть выполнен только для того диапазона концентраций, в котором реа-

лизуется данная методика анализа в конкретной лаборатории. В этом случае контроль стабильности ведется в трех точках диапазона измерений, реализуемого в лаборатории, соответствующих (7,5 ± 2,5) %, (50 ± 5) %, (95 ± 5) % этого диапазона измерений.

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 устанавливают по результатам ее стабильности, но не реже одного раза в год.

9.5. Отбор проб воздуха

Отбор проб проводят с учетом требований ГОСТ 12.1.005—88 (с изм. 1) и Р 2.2.2006—05 (прилож. 9, обязательное, п. 2).

Воздух с объемным расходом 0,2 дм^3/мин аспирируют через систему, состоящую из трех поглотительных приборов Петри:

- первый и третий, содержащие по 10 см^3 8 % раствора йодида калия;
- второй поглотительный прибор, помещаемый между ними, заполняется 20 см^3 окислительной смеси.

В первом поглотительном приборе поглощается диоксид азота из воздуха, во втором – происходит окисление оксида азота из воздуха в диоксид азота, который поглощается в третьем поглотительном приборе.

Для измерения ½ ПДК$_м$ диоксида азота следует отобрать 0,5 дм^3 воздуха. Отобранные пробы анализируются в день отбора.

10. Выполнение измерений

Пробы из первого и третьего поглотительных приборов переносят в пробирки и доводят объем до 10 см^3 8 % раствором йодида калия. Далее обработка проб проводится аналогично градуировочным растворам по п. 9.4.

Количественное определение содержания диоксида азота (в мкг) в анализируемом объеме раствора пробы проводят по предварительно построенной градуировочной характеристике.

11. Вычисление результатов измерений

Растворы из первого и третьего поглотительных приборов анализируют отдельно. В первом поглотительном растворе определяют массовую концентрацию диоксида азота, в третьем – оксид азота в пересчете на диоксид азота.

Массовую концентрацию диоксида и оксида азота в воздухе рабочей зоны (C, мг/м^3) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{a}{V_{20}}, \text{ где} \quad (7)$$

a – масса диоксида азота в анализируемом объеме раствора (в первом поглотительном приборе), найденная по градуировочной характеристике, мкг;

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

Массовую концентрацию оксида азота (в пересчёте на диоксид азота) в воздухе рабочей зоны (C, мг/м^3) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{a_1}{V_{20}}, \text{ где} \quad (8)$$

a_1 – масса диоксида азота в анализируемом объёме раствора (в третьем поглотительном приборе), найденная по градуировочной характеристике;

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

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:

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

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:

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

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

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

Числовое значение результатов измерений округляют до двух значащих цифр после запятой в диапазоне измерений (1—2) мг/м^3 и до одной значащей цифры – в диапазоне более 2 мг/м^3.

В случае, если концентрация диоксида и (или) оксида азота в воздухе рабочей зоны ниже нижней (выше верхней) границы диапазона

измерений, то производят следующую запись в журнале: «массовая концентрация диоксида и оксида азота в воздухе рабочей зоны менее 1,0 мг/м^3 (более 20,0 мг/м^3)».

Результаты измерений оформляют записью в журнале.

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 2,5 ч.

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 8.568—97. Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения.

8. ГОСТ 14919—83. Электроплиты, электроплитки и жарочные электрошкафы бытовые. Общие технические условия.

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

10. ТУ 64-1-2850—80. Бани водяные лабораторные (2Т2.988.001ТУ).

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

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

24. ГОСТ 20490—75. Реактивы. Калий марганцовокислый. Технические условия.

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

26. ГОСТ 4232—74. Реактивы. Калий йодистый. Технические условия.

27. ГОСТ 4168—79. Реактивы. Натрий азотнокислый. Технические условия.

28. ГОСТ 5821—78. Реактивы. Кислота сульфаниловая. Технические условия.

29. ГОСТ 61—75. Реактивы. Кислота уксусная. Технические условия.

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

31. МРТУ42964—64. Зажим медицинский.

32. ТУ 25.1607.054—85. Психрометр аспирационный.

33. ТУ 25-11-1081—75. Поглотители.

34. ТУ 6-09-07—1703. А-нафтиламин.

35. ТУ 25-1819.0021—90. Секундомер.

36. ТУ 4215-008-39906142—02. Прибор для отбора проб воздуха ПА-40М.

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

38. МУ № 4751—88. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций оксида и диоксида азота в воздухе рабочей зоны.

gost.e-ecolog.ru