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

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Спектрофотометрическое определение карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли в атмосферном воздухе

Методические указания
МУК 4.1.1958—05

gost.e-ecolog.ru

ББК 51.21
С79

С79 **Спектрофотометрическое** определение карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли в атмосферном воздухе: Методические указания.—М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2006.—9 с.

ISBN 5—7508—0656—1

1 Разработаны ГУ НИИ экологии человека и гигиены окружающей среды им. А. Н Сысина РАМН (к. х н. А А. Беззубовым) и НИЦ «ЭКОС» г Москва (В А Смирновым)

2. Утверждены Руководителем Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека, Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации Г Г. Онищенко 21 апреля 2005 г

3. Введены в действие с 1 июля 2005 г.

4. Введены впервые

ISBN 5—7508—0656—1

© Роспотребнадзор, 2006
© Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2006

УТВЕРЖДАЮ
Руководитель Федеральной службы
по надзору в сфере защиты прав
потребителей и благополучия человека,
Главный государственный санитарный
врач Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
21 апреля 2005 г
Дата введения 1 июля 2005 г

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Спектрофотометрическое определение карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли в атмосферном воздухе

Методические указания МУК 4.1.1958—05

1. Область применения

Настоящие методические указания устанавливают количественный спектрофотометрический анализ атмосферного воздуха для определения в нем карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли в диапазоне концентраций 0,075—2,5 мг/м^3.

Методические указания предназначены для использования лабораториями центров гигиены и эпидемиологии при осуществлении аналитического контроля химического загрязнения атмосферного воздуха в районе расположения производства и применения карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли, производственными лабораториями предприятий, научно-исследовательскими институтами, работающими в области гигиены окружающей среды.

Методические указания разработаны в соответствии с требованиями ГОСТ Р 8.563—96 «Методика выполнения измерений», ГОСТ 17.0.0.02—79 «Охрана природы. Метрологическое обеспечение контроля загрязненности атмосферы, поверхностных вод и почвы. Основные положения», ГОСТ 17.2.4.02—81 «Охрана природы. Атмосфера. Общие требования к методам определения загрязняющих веществ».

Методические указания одобрены и рекомендованы к практическому применению на бюро секции по физико-химическим методам

исследования объектов окружающей среды Проблемной комиссии «Научные основы экологии человека и гигиены окружающей среды» и бюро Комиссии по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Федеральной службы по надзору в сфере защиты прав потребителей и благополучия человека.

2. Физико-химические и токсикологические свойства

Карбоксиметилцеллюлозы натриевая соль (поли-1,4β О – карбоксиметил-Д-пиранозил-Д-глюкопираноза натрия) представляет собой полимерный простой эфир целлюлозы и натриевой соли гликолевой кислоты. Получают ее взаимодействием щелочной целлюлозы с натриевой солью монохлоруксусной кислоты. В различных типах натриевой соли карбоксиметилцеллюлозы содержится от 0,5 до 1,2 карбоксиметильных групп на одно элементарное звено макромолекулы.

Общая формула $[C_6H_7O_2(OH)_{3-x}(OCH_2COONa)_x]_n$, молекулярная масса (25—50) × 10^3, регистрационный номер CAS 9004-32-4. Она представляет собой аморфное, порошкообразное, мелкозернистое вещество от белого до кремового цвета, температура размягчения – 170 °С, плотность 1,59 г/см^3, растворимое в воде, водных растворах щелочей, аммиаке, не растворимое в органических растворителях и минеральных маслах

Применяется в нефтяной, газовой, добывающей, текстильной и пищевой промышленностях. Агрегатное состояние в воздухе – аэрозоль, которая пожароопасна, температура ее воспламенения 315—355 °С.

Карбоксиметилцеллюлозы натриевая соль не обладает раздражающим, сенсибилизирующим и резорбтивным эффектом. Максимально разовая предельно допустимая концентрация 0,5 мг/дм^3, среднесуточная 0,15 мг/см^3.

3. Погрешность измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей ± 20 %. При доверительной вероятности 0,95.

4. Метод измерений

Измерение концентраций карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли основано на улавливании ее из воздуха и концентрировании на фильтре с последующей десорбцией дистиллированной водой, реакцией с антроном в концентрированной серной кислоте и последующем спектрофотометрировании окрашенного продукта реакции при длине волны 600 нм.

Нижний предел измерения содержания карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли в анализируемом объеме пробы – 20 мкг.

Измерению мешают другие углеводы.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы

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

5.1. Средства измерений

Спектрофотометр СФ-46 или аналогичный прибор	
Весы аналитические ВЛА-200	ГОСТ 24104—01
Меры массы	ГОСТ 7328—01
Колбы мерные, вместимостью 25 и 100 $см^3$	ГОСТ 1770—74Е
Пипетки, вместимостью 1,2,5 и 10 $см^3$	ГОСТ 29196—91
Бюксы, вместимостью 25 $см^3$	ГОСТ 25336—83Е
Пробирки колориметрические с притертыми пробками, вместимостью 5 и 10 $см^3$	ГОСТ 25336—82Е
Барометр-анероид М-67	ТУ 2504-1797—75
Термометр лабораторный шкальный ТЛ-2	ГОСТ 215—73Е
Секундомер	ГОСТ 5072—79
Электроаспиратор марки 822	ГОСТ 2.6.01—86

5.2. Вспомогательные устройства

Фильтродержатель с металлической сеткой	ТУ 6-09-1706—77
Баня водяная	ТУ 64-1-2850
Дистиллятор	ТУ 61 –1-721—79

5.3. Материалы

Фильтр АФА-ХА-20	ТУ 95-743—80

5.4. Реактивы

Антрон (9,10-дигидро-9-кетоантрацен), хч	ТУ 6-09-1570—77
Карбоксиметилцеллюлозы натриевая соль, содержание основного вещества не менее 63 %	ОСТ 6-05-386—80
Серная кислота, хч	ГОСТ 4204—77

6. Требования безопасности

6 1. При работе с реактивами соблюдают требования безопасности, установленные для работы с токсичными, едкими и легковоспламеняющимися веществами по ГОСТ 12 1 005—88 и 12.1.007—76.

6 2 При выполнении измерений концентраций карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли с использованием спектрофотометра СФ-46 и электроаспиратора следует соблюдать правила электробезопасности в соответствии с ГОСТ 12.1.019—79 и инструкциями по эксплуатации приборов.

7. Требования к квалификации оператора

К выполнению измерений и обработке их результатов на спектрофотометре и электроаспираторе допускаются лица, знающие устройство и правила эксплуатации приборов.

8. Условия измерений

При выполнении измерений соблюдают следующие условия:

8.1. Процессы приготовления растворов и подготовки проб к анализу проводят в нормальных условиях согласно ГОСТ 15150—69 при температуре воздуха (20 ± 5) °С, атмосферном давлении 630—800 мм рт. ст. и влажности воздуха не более 80 %.

8.2. Выполнение измерений на спектрофотометре СФ-46 проводят в условиях, рекомендованных технической документацией к прибору и настоящими методическими указаниями.

9. Подготовка к выполнению измерений и проведение измерений

Перед выполнением измерений проводят следующие работы: приготовление реактивов, подготовку спектрофотометра к работе, установление градуировочной характеристики, отбор проб.

9.1. Приготовление растворов

Исходный раствор карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли для градуировки (с = 1 мг/см^3) В мерную колбу емкостью 25 см^3 вносят 39,7 мг (63 % основного вещества), доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения рабочего раствора 1 месяц.

Рабочий раствор № 1 карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли для градуировки (с = 100 мкг/см^3) В мерную колбу емкостью 25 см^3

помещают 2,5 $см^3$ исходного раствора, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения рабочего раствора № 1 – 1 месяц.

Рабочий раствор № 2 карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли для градуировки (с = 400 мкг/см)[3] В мерную колбу емкостью 25 $см^3$ помещают 10,0 $см^3$ исходного раствора, доводят дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают. Срок хранения рабочего раствора № 2 – 1 месяц

Раствор антрона В мерную колбу емкостью 100 $см^3$ помещают 0,2 г антрона, приливают концентрированную серную кислоту до метки и тщательно перемешивают.

9.2. Подготовка спектрофотометра к работе

Подготовку спектрофотометра к работе проводят в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

9.3. Установление градуировочной характеристики

Градуировочную характеристику устанавливают на градуировочных растворах. Она выражает зависимость оптической плотности растворов от массы карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли и устанавливается по 5 сериям растворов для градуировки.

Каждую серию, состоящую из 6 растворов, готовят в пробирках с притертыми пробками. Для этого в них вносят рабочие растворы № 1 и № 2 в соответствии с таблицей, приливают дистиллированную воду и 3,0 $см^3$ раствора антрона, тщательно перемешивают и нагревают на кипящей водяной бане в течение 10 мин. После охлаждения измеряют оптическую плотность растворов в кювете с толщиной слоя 10 мм при длине волны 600 нм по отношению к раствору № 1 в таблице. По полученным результатам строят градуировочную характеристику. Градуировку проверяют 1 раз в 3 месяца или в случае использования новой партии реактивов.

Таблица

Растворы для установления градуировочной характеристики при определении концентрации карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли

Номер раствора	1	2	3	4	5	6
Объем рабочего раствора № 1, (с = 100 мкг/см^3), см^3	0	0,2	0,4	0,8	–	–
Объем рабочего раствора № 2, (с = 400 мкг/см^3), см^3	0	–	–	–	1,0	1,875
Объем дистиллированной воды, см^3	2,0	1,8	1,6	1,2	1,0	0,125
Содержание карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли, мкг	0	20,0	40,0	80,0	400,0	750,0

9.4. Отбор проб

Отбор проб воздуха, содержащего карбоксиметилцеллюлозы натриевую соль, проводят согласно ГОСТ 17.2.3.01—86. Воздух аспирируют с помощью электроаспиратора через фильтр со скоростью 20 дм^3/мин в течение 30 мин. Отобранные пробы помещают в пробирки с притертыми пробками. Срок хранения – 1 месяц.

10. Выполнение измерений

Фильтр с отобранной пробой помещают в бюкс, заливают 4 см^3 дистиллированной воды и оставляют на 10—15 мин, периодически помешивая стеклянной палочкой. Степень десорбции карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли с фильтра 98 %. Фильтр отжимают и отбрасывают, объем раствора доводят до 4,0 см^3 . Для анализа отбирают 2,0 см^3 полученного раствора и далее проводят анализ в условиях, описанных в п. 9.3. Расчет содержания карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли проводят по градуировочной характеристике.

11. Вычисление результатов измерений

Концентрацию карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли в атмосферном воздухе (мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{m \cdot V_2}{V_1 \cdot V_0}, \text{ где}$$

m – содержание карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_2 – общий объем раствора пробы, см^3;

V_1 – объем раствора пробы, взятой для анализа, см^3;

V_0 – объем воздуха, взятого для анализа и приведенный к нормальным условиям, дм^3,

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

V – объем воздуха, взятого для анализа, дм^3;

P – атмосферное давление, мм рт. ст.;

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

12. Оформление результатов измерений

Результаты измерений концентраций карбоксиметилцеллюлозы натриевой соли оформляют протоколом в виде. C, мг/м^3; $\Delta \pm 20$ % с указанием даты проведения анализа, места отбора пробы, названия лаборатории, юридического адреса организации, ответственного исполнителя и руководителя лаборатории

13. Контроль погрешности измерений

Проводят контроль погрешности измерений на градуировочных растворах, имеющих низшую границу диапазона измеряемых концентраций в соответствии с п.п. 10 и 11.

Рассчитывают среднее значение результатов измерений концентраций в градуировочных растворах.

$$\overline{C} = \frac{1}{n}\left(\sum_{i=1}^{n} C_{ni}\right), \text{ где}$$

n – число измерений вещества в пробе градуировочного раствора,

C_{ni} – результат измерения концентрации вещества в i-ой пробе градуировочного раствора, мкг/дм^3.

Рассчитывают среднее квадратичное отклонение результата измерения концентрации вещества в градуировочном растворе:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n}\left(C_{ni} - \overline{C}_i\right)^2}{n-1}}$$

Рассчитывают доверительный интервал:

$$\overline{\Delta C_i} = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot t \text{, где}$$

t – коэффициент нормированных отклонений, определяемый по таблицам Стьюдента, при доверительной вероятности 0,95.

Рассчитывают погрешность определения концентраций калия·

$$\delta = \frac{\overline{\Delta C_i}}{C_{ni}} \cdot 100 \text{, \%}$$

Если $\delta \leq 20$ %, то погрешность измерений удовлетворительная. Если данное условие не выполняется, то выясняют причину и повторяют измерения

gost.e-ecolog.ru