Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации
Государственные санитарно-эпидемиологические правила и гигиенические нормативы

2.3.3. ГИГИЕНА ПИТАНИЯ, ТАРА, ПОСУДА, УПАКОВКА, ОБОРУДОВАНИЕ И ДРУГИЕ ВИДЫ ПРОДУКЦИИ, КОНТАКТИРУЮЩИЕ С ПИЩЕВЫМИ ПРОДУКТАМИ

Предельно допустимое количество миграции альдегидов (в том числе формальдегида) из оболочки искусственной белковой подобно «Белкозин»

Гигиенический норматив
ГН 2.3.3. 1019—01

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика выполнения измерений массовой концентрации свободных альдегидов (в том числе формальдегида) в белковой оболочке фотометрическим методом

Методические указания
МУК 4.1. 1020—01

Издание официальное

Минздрав России
Москва • 2001

gost.e-ecolog.ru

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика выполнения измерений массовой концентрации свободных альдегидов (в том числе формальдегида) в белковой оболочке фотометрическим методом

Методические указания
МУК 4.1. 1020—01

ББК 51.23
М54

М54 **Методика** выполнения измерений массовой концентрации свободных альдегидов (в том числе формальдегида) в белковой оболочке фотометрическим методом: Методические указания.— М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2001.—19 с.

ISBN 5—7508—0256—6

1. Разработаны: ОАО «Лужский завод «Белкозин» (Генеральный директор Созонов В. Ю.); научно-техническим центром «Метрология–Сервис» (Генеральный директор проф. Бегунов А. А.); кафедрой гигиены питания и диетологии Санкт-Петербургской медицинской академии им. И. И. Мечникова (заведующий кафедрой проф. Доценко В. А.).

2. Метрологическую аттестацию провел ГНЦ «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева» (руководитель лаборатории Государственных эталонов в области аналитических измерений Конопелько Л. А.). Свидетельство об аттестации № 2420/78—99 от 15.11.99.

3. Рекомендованы к утверждению Комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию при Минздраве России (протокол № 6 от 1 февраля 2001 г.).

4. Утверждены и введены в действие Главным государственным санитарным врачом Российской Федерации – Первым заместителем Министра здравоохранения 13 февраля 2001 г.

5. Введены впервые.

ББК 51.23

ISBN 5—7508—0256—6

© Минздрав России, 2001
© Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2001

Содержание

1. Назначение и область применения 9
2. Приписанные характеристики погрешности измерений 10
3. Метод измерения 10
4. Средства измерения, вспомогательные устройства и материалы 10
5. Условия измерений 12
6. Подготовка к выполнению измерений 13
6.1. Калибровка стеклянных мер вместимости 13
6.2. Подготовка к работе установки для отгонки 13
6.3. Подготовка иономера к работе 13
6.4. Подготовка фотоколориметра (спектрофотометра) к работе 13
6.5. Приготовление дистиллированной воды, не содержащей углекислоты 13
6.6. Перегонка ацетилацетона 14
6.7. Приготовление ацетилацетоноаммиачного реагента 14
6.8. Построение градуировочного графика 14
6.9. Подготовка проб 14
7. Выполнение измерений 14
7.1. Выделение определяемого компонента 14
7.2. Измерение оптической плотности 15
7.2.1. Приготовление испытуемого раствора №1 15
7.2.2. Измерение оптической плотности 15
8. Обработка (вычисление) результатов измерений 16
9. Представление результатов измерений 17
10. Нормативы, процедуры и периодичность контроля погрешности результатов выполненных измерений 17
10.1. Контроль сходимости результатов параллельных определений 17
10.2. Контроль стабильности градуировочной характеристики 18
10.3. Контроль погрешности измерений массовой концентрации свободных альдегидов в экстракте 19
11. Требования безопасности, охрана окружающей среды 20
12. Требования к квалификации персонала 20
Приложение 1. Установка для отгонки альдегидов 21
Приложение 2. Построение градуировочной характеристики 22
1. Приготовление градуировочных растворов 22
1.1. Приготовление раствора А 22
1.2. Приготовление раствора Б 22
1.3. Приготовление градуировочных растворов 22
2. Измерение оптической плотности градуировочных растворов 23
2.1. Выполнение измерений 23
2.2. Построение градуировочной характеристики 24
3. Порядок построения градуировочных характеристик 24

УТВЕРЖДАЮ
Главный государственный санитарный врач Российской Федерации – Первый заместитель Министра здравоохранения Российской Федерации
Г. Г. Онищенко
13 февраля 2001 г.
Дата введения: 13 апреля 2001 г.

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Методика выполнения измерений массовой концентрации свободных альдегидов (в том числе формальдегида) в белковой оболочке фотометрическим методом

Методические указания
МУК 4.1. 1020—01

1. Назначение и область применения

Настоящая методика предназначена для измерения фотометрическим методом массовой концентрации свободных альдегидов (в т. ч. формальдегида) в искусственной белковой оболочке диаметром от 21 до 120 мм при ее контроле на соответствие требованиям ГН 2.3.3.1019—01 «Предельно допустимое количество миграции альдегидов (в том числе формальдегида) из оболочки искусственной белковой подобно «Белкозин».

Методика лабораторных исследований предназначается для органов и учреждений Государственного санитарно-эпидемиологического надзора Российской Федерации, научно-исследовательских институтов и предприятий, объединений и иных хозяйствующих субъектов, организаций и учреждений, независимо от их подчиненности и форм собственности, занимающихся производством, хранением и реализацией оболочек искусственных белковых на всей территории Российской Федерации и распространяется на все виды оболочек искусственных белковых независимо от стран-производителей или поставщика.

Свободными альдегидами в белковой оболочке называются альдегиды, экстрагируемые из оболочки в дистиллированную воду при температуре 80 °С и затем при температуре (20—25) °С.

Диапазон измерений массовой концентрации свободных альдегидов от 0,08 до 1,5 мг/дм^3.

Продолжительность процедуры выполнения измерения с учетом обработки результатов – не более 90 мин.

2. Приписанные характеристики погрешности измерений

Границы относительной погрешности результатов измерений (при $P = 0,95$) $\delta = \pm (26 - 10 \cdot C)$ %, где C – массовая концентрация свободных альдегидов, мг/дм^3.

3. Метод измерений

Метод основан на измерении оптической плотности водного раствора окрашенного соединения 4-R-3,5-диацетил-дигидролутидинов, образующихся в реакции альдегидов с ацетилацетоноваммиачным реагентом.

Измерения выполняют в области спектра, близкой к максимуму поглощения на длине волны $\lambda = (410 \pm 10)$ нм.

4. Средства измерения, вспомогательные устройства и материалы

При подготовке и выполнении измерений применяют средства измерений и другие технические средства, приведенные в табл. 1.

Таблица 1

Наименование средств измерений и вспомогательных устройств	Обозначение стандарта, ТУ и типа средства измерений либо его метрологические характеристики, или ссылки на чертеж или приложение	Назначение по МВИ	
		Подготовительные операции	Операции измерения
1	2	3	4
Средства измерения			
1. Государственный стандартный образец состава водного раствора формальдегида или аттестованная смесь производства ГУП «ВНИИМ им. Д. И. Менделеева»	ГСО 6263—91	прилож. 2	
2. Весы лабораторные любого типа	Абсолютная погрешность взвешивания – 10 мг	6.1; 6.7	–
3. Фотоколориметр или спектрофотометр любой	Спектральный диапазон измерений должен включать (410 ± 10) нм	прилож. 2	7.2

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4
4. Кюветы стеклянные	Номинальная длина – 50 и 30 мм	6.4; прилож. 2	7.2
5. Иономер любого типа	Абсолютная погрешность измерения – 0,1 ед. РН; диапазон измерений – от 0 до 14 ед. pH	6.7	–
6. Электроды стеклянные, лабораторные ЭСЛ-43-07, ЭСЛ-63-07	ТУ 25.05.2234—77	6.7	–
7. Стеклянные меры вместимости			
7.1. Колбы мерные	2 класса точности по ГОСТу 1770		
	1-500-2 или 2-500-2	6.7	–
	1-250-2 или 2-250-2	прилож. 2	–
	1-100-2 или 2-100-2	прилож. 2	–
	1-25-2 или 2-25-2	прилож. 2	–
7.2. Цилиндры мерные	2 класса точности по ГОСТу 1770		
	1-500-2 или 2-500-2	–	7.1
	1-250-2 или 2-250-2	–	7.1
7.3. Пипетки	2 класса точности по ГОСТу 29169—91 или 29227—91		
	1-1-1, 1-2-2-1	прилож. 2	–
	2-2-5 или 1-2-2-5	6.7; прилож. 2	–
	2-2-10 или 1-2-2-10	прилож. 2	–
	2-2-25 или 1-2-2-25	–	–
Вспомогательные устройства			
1. Колбы конические			
	Кн-1-500-29/32 по ГОСТу 25336	–	7.1
	Кн-1-100-29/32 по ГОСТу 25336	прилож. 2	7.2
2. Стаканы			
	В-1-500 по ГОСТу 25336	–	7.1
	В-1-250 по ГОСТу 25336	6.7	–
3. Холодильник с прямой трубкой	ХПТ-1-300-14/23 по ГОСТу 25336	–	7.1

Продолжение таблицы 1

1	2	3	4
4. Насадка	Н1 по ГОСТу 25336	–	7.1
5. Алонж	ГОСТ 23932—90	–	7.1
6. Воронка	ВК-50-1 ХС по ГОСТу 25336	6.7	7.1
7. Шпатель	ГОСТ 23932—90	6.7	7.1
8. Пуансон	Формат (50 х 25) мм	–	7.1
9. Шкаф сушильный любого типа	Температура 100 °С; неоднородность поля температуры – ± 2 °С	прилож. 2	7.1; 7.2
10. Плитка электрическая	С закрытой спиралью; регулируемая мощность – не менее 800 Вт	6.5	7.1
11. Парообразователь	Регулируемая паропроизводительность по конденсату – не менее 4 $см^3$/мин	–	7.1
12. Колбонагреватель	Регулируемая мощность – не менее 300 Вт	–	7.1
Реактивы и материалы			
1. Ацетилацетон	х. ч. или ч. д. а. по ГОСТу 10259	6.7	–
2. Аммоний уксусно-кислый	х. ч. или ч. д. а. по ГОСТу 3117	6.7	–
3. Кислота уксусная	х. ч. по ГОСТ 61—75	6.7	–
4. Натрий серно-кислый безводный	х. ч. или ч. д. а. по ГОСТу 4233	–	7.1
5. Вода дистиллированная	по ГОСТу 6709	6.4; 6.5; 6.7; прилож. 2	7.1; 7.2
6. Бумага фильтровальная	Любая	6.7	7.1

5. Условия измерений

При подготовке и в ходе выполнения измерений необходимо выполнять следующие условия:

- температура окружающей среды – от 15 до 30 °С;
- относительная влажность воздуха – от 40 до 95 %;
- атмосферное давление – (84—106) кПа.

6. Подготовка к выполнению измерений

При подготовке к выполнению измерений должны быть выполнены перечисленные ниже операции.

6.1. Калибровка стеклянных мер вместимости

Для уменьшения систематической составляющей погрешности следует выполнить калибровку мерной посуды, используемой для приготовления градуировочных растворов по ГОСТу 25794.1.

6.2. Подготовка к работе установки для отгонки альдегидов

Собирают установку для отгонки альдегидов в соответствии с рисунком (прилож. 1)

Парообразователь заполняют на 2/3 объема дистиллированной водой и нагревают ее до кипения.

6.3. Подготовка иономера к работе

Иономер и электроды готовят к измерению pH в соответствии с инструкцией по эксплуатации.

6.4. Подготовка фотоколориметра (спектрофотометра) к работе

Фотоколориметр (спектрофотометр) готовят к работе в соответствии с инструкцией по эксплуатации. Устанавливают монохроматор на длину волны $\lambda_{max} = (410 \pm 10)$ нм.

Подготовка кювет

Необходимое число кювет заполняют до метки свежей дистиллированной водой. Выбирают одну из них в качестве кюветы сравнения. Выполняют измерения оптической плотности остальных кювет относительно кюветы сравнения.

Если отклонение оптической плотности контролируемой кюветы от кюветы сравнения $|\Delta_к| > 0{,}01$, полученную поправку вычитают из результата измерений.

Кювету сравнения маркируют и хранят отдельно от других кювет. Значения поправки наносят карандашом на верхнюю (вытравленную) кромку кюветы. Если значения поправок всех используемых кювет различаются не более чем на 0,01, допускается характеризовать весь набор кювет единым средним значением поправки $\Delta_к$.

6.5. Приготовление дистиллированной воды, не содержащей углекислоты

Дистиллированную воду, используемую для приготовления градуировочных растворов, кипятят по ГОСТу 4517.

6.6. Перегонка ацетилацетона

Ацетилацетон перегоняют при атмосферном давлении, собирая фракцию с $T_{кип.}$ – (134—138) °С. Используют в течение месяца после перегонки. Хранят в холодильнике в посуде из темного стекла.

6.7. Приготовление ацетилацетоноаммиачного реагента

В сухом стакане вместимостью 250 м³ взвешивают (75,0 ± 0,1) г ацетата аммония. Соль в стакане растворяют в 200 см³ свежей дистиллированной воды. Раствор из стакана фильтруют в мерную колбу вместимостью 500 см³; используя пипетку, вносят 1,5 см³ ледяной уксусной кислоты и 1 см³ свежеперегнанного ацетилацетона; объем раствора доводят до метки дистиллированной водой. Раствор тщательно перемешивают.

Хранят в холодильнике в посуде из темного стекла не свыше одного месяца. Не реже одного раза в неделю проверяют значение pH реагента, которое должно быть в пределах pH – 5,8—6,4. Если реагент не соответствует данному требованию, готовят свежий.

6.8. Построение градуировочного графика

Градуировочную характеристику определяют в соответствии с прилож. 2.

6.9. Подготовка проб

Испытуемый образец оболочки тщательно расправляют и вырезают 10 двойных высечек размерами (25 х 50) мм (общая односторонняя поверхность 250 см²).

Высечки помещают в стакан вместимостью 500 см³; закрывают воронкой и промывают проточной водой с температурой (10—25) °С при расходе (0,5—1,0) дм³/мин в течение 20 мин. Затем воду из стакана сливают и промывают высечки дистиллированной водой – двумя порциями по 50 см³.

Подготовленные высечки сразу используют для выделения определяемого компонента.

7. Выполнение измерений

При выполнении измерений должны быть последовательно выполнены перечисленные ниже операции, причем операции, начиная с п. 7.2 – дважды.

7.1. Выделение определяемого компонента

Подготовленные по п. 6.9 высечки переносят в коническую колбу вместимостью 500 см³. Наливают 500 см³ дистиллированной воды с температурой (20—25) °С и закрывают колбу пробкой.

Колбу помещают в сушильный шкаф, нагретый до температуры (80 ± 1) °С. Выдерживают в течение:

- для оболочек диаметром от 21 до 35 мм включительно – 30 мин;
- для оболочек диаметром свыше 35 мм – 3 ч.

По окончании выдержки колбу помещают в водяную баню с температурой (10—25) °С на (15—20) мин.

После охлаждения колбу оставляют настаиваться. Продолжительность настаивания:

- для оболочек диаметром от 21 до 35 мм включительно – 4 ч;
- для оболочек диаметром свыше 35 мм – 24 ч.

7.1.2. Отгонку формальдегида из полученного экстракта выполняют сразу после проведения настаивания. Отбирают 200 см^3 экстракта, наливают его в круглодонную колбу вместимостью 500 см^3, добавляют (25 ± 0,5) г сульфата натрия, соединяют части подготовленной по п. 6.2 перегонной установки, и отгоняют со скоростью (4—6) см^3/мин в мерную колбу 100 см^3 дистиллята. В ходе отгонки равномерно подают в колбу пар, следя за тем, чтобы степень заполнения парообразователя водой была в пределах 1/3—2/3 объема.

Дистиллят тщательно перемешивают и используют для измерений массовой концентрации альдегидов.

Допускается хранить в холодильнике до 6 ч.

7.2. Измерение оптической плотности

7.2.1. Приготовление испытуемого раствора №1

В коническую колбу вместимостью 100 см^3 вносят, используя пипетку, 15,0 см^3 дистиллята, полученного по п. 7.1, 10,0 см^3 ацетилацетоноаммиачного реагента и тщательно перемешивают.

Приготовление растворов сравнения (№2 и №3)

Раствор № 2. В коническую колбу вместимостью 100 см^3 вносят 10,0 см^3 ацетилацетоноаммиачного реагента, 15,0 см^3 дистиллированной воды и тщательно перемешивают.

Раствор № 3. В коническую колбу вместимостью 100 см^3 вносят 15,0 см^3 дистиллята, полученного по п. 7.1, 10,0 см^3 дистиллированной воды и тщательно перемешивают.

Растворы № 2 и № 3 годны в течение одного рабочего дня.

7.2.2. Измерение оптической плотности

Испытуемый раствор и раствор сравнения № 2 термостатируют при (50 ± 1) °С в течение (20 ± 1) мин и охлаждают водой до комнатной температуры.

Испытуемый раствор и растворы сравнения № 2 и № 3 тщательно перемешивают и из колб наливают в пронумерованные рабочие кюветы номинальной длиной 50 мм.

В кювету сравнения наливают кипяченую дистиллированную воду, приготовленную по п. 6.5.

Кюветы с испытуемым раствором и дистиллированной водой устанавливают в кюветодержатель так, чтобы их торцевые грани находились в одной плоскости. Определяют (в соответствии с инструкцией по эксплуатации используемого средства измерения) по трем наблюдениям оптическую плотность для испытуемого раствора относительно дистиллированной воды – D_{1i} (1 – номер пробы дистиллята, i – от 1 до 2).

Затем аналогично, по трем параллельным наблюдениям, измеряют оптическую плотность раствора сравнения № 2 – D_2 и раствора сравнения № 3 – D_3 относительно дистиллированной воды.

Если $D_{1i} > 0{,}8$, измерения выполняют в кюветах номинальной рабочей длиной 30 мм.

8. Обработка (вычисление) результатов измерений

Вычисляют значение величины D_O:

$$D_{0i} = D_{1i} - D_2 - D_3 - \Delta_к, \text{ где} \qquad (1)$$

$\Delta_к$ – алгебраическая величина кюветной поправки, установленная по п. 6.4.

Исходя из значения D_{0i} вычисляют массовую концентрацию альдегидов в дистилляте – $C_{Дi}$, мг/ дм^3:

$$C_{Дi} = 25\, D_{0i} / 15\, B, \text{ где} \qquad (2)$$

B – угловой коэффициент градуировочной характеристики, дм^3/мг (прилож. 2, п. 2.3);

15 и 25 см^3 – объемы отбираемой аликвоты дистиллята и полученного из нее после добавления ацетилацетонового реагента раствора соответственно.

Массовую концентрацию альдегидов в белковой оболочке C (мг/дм^3) в вытяжке рассчитывают по формуле:

$$C_i = K \cdot C_{Дi} \cdot \left[2 + C_{Дi}\right], \text{ где} \qquad (3)$$

K – поправочный коэффициент (табл. 2), зависящий от диаметра оболочки.

Таблица 2

Значения поправочных коэффициентов К

Номинальный диаметр, мм	21	28	35	40	45	50	55	60	65	70	75	85	100	120
Значение К	0,23	0,22	0,21	0,20	0,19	0,18	0,17	0,16	0,16	0,16	0,15	0,15	0,15	0,15

За результат измерения массовой концентрации свободных альдегидов в белковой оболочке принимают среднее арифметическое двух параллельных определений при удовлетворительных результатах контроля сходимости по п. 10.1:

$$C = (C_1 + C_2)/2, \text{ где}$$

C_1, C_2 – результаты первого и второго определений, соответственно.

9. Представление результатов измерений

Результаты измерений массовой концентрации свободных альдегидов в белковой оболочке при записи в документах представляют в виде:

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

C – среднее значение результатов двух параллельных определений, мг/дм^3.

Δ – абсолютная погрешность результата измерений

$$\Delta = \delta \cdot C/100 \ (\delta - \text{из п. 2})$$

Первичные данные и полученные результаты измерений оформляют протоколами по форме, принятой в испытательной лаборатории, в виде самостоятельного документа или в сводном журнале (на бумаге или магнитном носителе).

10. Нормативы, процедуры и периодичность контроля погрешности результатов выполненных измерений

10.1. Контроль сходимости результатов параллельных определений

Для контроля качества выполненной процедуры измерений используют расхождение между результатами параллельно выполненных определений для двух проб от одного дистиллята, полученного по п. 7.1. Измерения признают выполненными удовлетворительно, если абсолютное расхождение между ними не превышает значений, указанных в табл. 3. В противном случае оба измерения признают несостоятельными и выполняют повторные измерения, начиная с п. 7.2.

Таблица 3

Допускаемые расхождения между результатами двух параллельных определений (P = 0,95)

Диапазон значений массовой концентрации свободных альдегидов, мг/дм³	Допускаемые расхождения, мг/дм³
от 0,08до 0,20	0,03
св.0,20 до 0,40	0,04
св. 0,40 до 0,60	0,05
св.0,60 до 0,80	0,06
св. 0,80 до 1,00	0,08
св. 1,00 до 1,25	0,09
св. 1,25 до 1,50	0,10

10.2. Контроль стабильности градуировочной характеристики

Контроль стабильности градуировочной характеристики осуществляют в соответствии с прилож. 2. Используют градуировочные растворы № 2 ($C_{гр2}$ = 1,25 мг/дм³) и № 9 ($C_{гр9}$ = 0,1 мг/дм³).

Результат признают удовлетворительным, если для обоих растворов выполняется условие:

$$\left|D_0^* - D_0\right| \cdot 100 / D_0 \le K_{гр}, \text{ где} \qquad (4)$$

D_0 – значение оптической плотности, найденное по градуировочной характеристике;

D_0^* – значение оптической плотности, измеренное при контроле;

$K_{гр}$ – норматив контроля градуировочной характеристики, $K_{гр}$ = 4 %.

Если указанное условие не выполняется, проводят полную градуировку в соответствии с прилож. 2.

Контроль стабильности градуировочной характеристики проводят не реже 1 раза в 6 мес.

10.3. Контроль погрешности измерений массовой концентрации свободных альдегидов в экстракте

Данная операция не предусматривает контроль составляющих погрешности измерений, которые возникают при выполнении п. 7.1.1.

Контроль осуществляют методом добавок.

Отбирают 100 см³ экстракта, полученного по п. 7.1.1, наливают его в круглодонную колбу вместимостью 500 см³, добавляют 100 см³ градуировочного раствора № 5 ($C_{гр}$ = 0,6 мг/дм³), полученного по п. 1.3 (прилож. 3). В колбу добавляют (25,0 ± 0,5) г сульфата натрия, соединяют части подготовленной по п. 8.2 перегонной установки, и отгоняют со скоростью (4—6) см³/мин в мерную колбу 100 см³ дистиллята. В ходе отгонки равномерно подают в колбу пар, следя за тем, чтобы степень заполнения парообразователя водой была в пределах 1/3—2/3 объема. Дистиллят тщательно перемешивают.

Выполняют измерения массовой концентрации альдегидов в пробах экстракта без добавки и с добавкой в соответствии с п.п. 7.2—8.

Результат признают удовлетворительным, если выполняется условие:

$$\left|2C^{*} - C - 0{,}6\right| \le K, \text{ где} \qquad (5)$$

C – массовая концентрация альдегидов в исходном экстракте, мг/дм³;

C^{*} – массовая концентрация альдегидов в разбавленном экстракте с добавкой, мг/дм³;

K – норматив оперативного контроля точности (P=0,90)

$$K = 0{,}6\left(\Delta^{2} + \Delta^{*2}\right)^{1/2}, \text{ где}$$

Δ, Δ^{*} – характеристики абсолютной погрешности измерений массовых концентраций альдегидов в исходном экстракте и в разбавленном экстракте с добавкой ($\Delta = \delta \cdot C/100$, $\Delta^{*} = \delta \cdot C^{*}/100$).

Если условие не выполняется, операцию повторяют. При повторном получении отрицательного результата выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их.

Контроль погрешности измерений проводят не реже 1 раза в 6 мес.

11. Требования безопасности, охрана окружающей среды

11.1. При выполнении анализов необходимо выполнять требования безопасности при работе с химическими реактивами.

В процессе анализа используются следующие пожароопасные и токсичные вещества.

Ацетилацетон. Подвижная прозрачная бесцветная жидкость со специфическим запахом. Плотность при 25 °С – 972 кг/м^3. Ограниченно смешивается с водой. Температура кипения – 139 °С. Температура вспышки – 16,1 °С. Выполнять все работы и хранить на расстоянии не менее 0,7 м от источников тепла.

Уксусная кислота. Подвижная прозрачная бесцветная жидкость со специфическим резким запахом. Неограниченно смешивается с водой. Температура кипения – 118,1 °С. Температура вспышки – 38 °С. Сильно токсична: оказывает раздражающее и прижигающее действие на кожу и слизистые оболочки глаз и носа. ПДК$_{сс}$ – 0,015 мг/м^3; класс опасности – II.

Все работы с указанными веществами выполнять в вытяжном шкафу, в очках и перчатках на расстоянии не менее 0,7 м от источников тепла.

При попадании на кожу и в глаза обильно промыть водой, затем 1 %-ным раствором питьевой соды и вновь водой.

11.2. Электробезопасность при работе с электронагревательными и электроизмерительными приборами – по ГОСТу 12.1.019.

11.3. Организация обучения работающих правилам безопасного ведения работ – по ГОСТу 12.4.009.

11.4. Требования экологической безопасности. Отходы ацетилацетона и уксусной кислоты собирают и отправляют на уничтожение в установленном порядке.

12. Требования к квалификации персонала

К выполнению работ допускается лаборант со средним образованием, имеющий опыт работы, ознакомленный с настоящей методикой.

Приложение 1

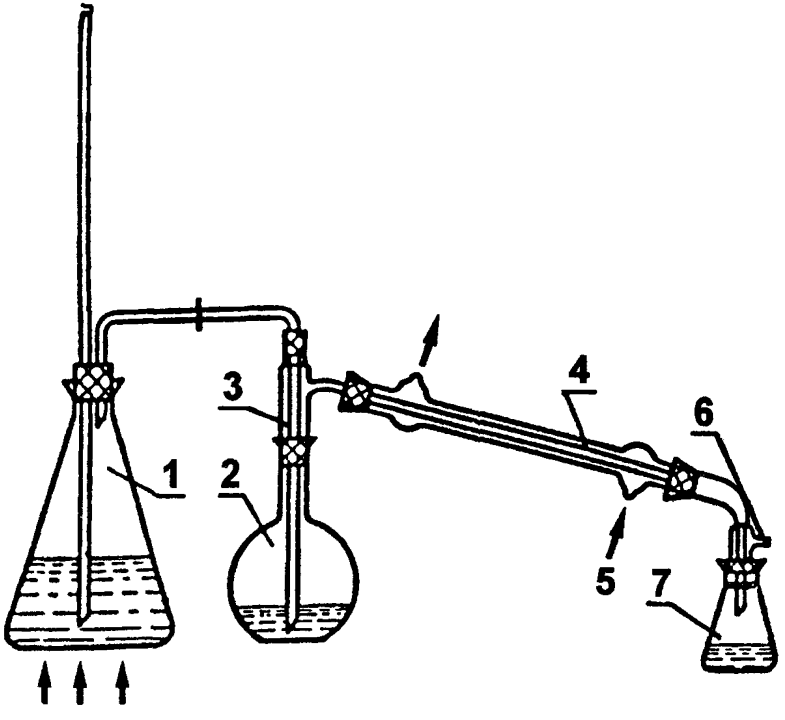


Рис. 1. Установка для отгонки альдегидов.

1 – медный паровик; 2 – перегонная колба; 3 – холодильник; 4 – приемник дистиллята; 5 – труба для водного пара; 6 – соединительная трубка; 7 – предохранительная трубка; 8, 9 – нагреватели.

Приложение 2

Построение градуировочной характеристики

1. Приготовление градуировочных растворов

Для градуировки используют государственные стандартные образцы (ГСО 6263—91) раствора формальдегида массовой концентрацией (1,00 ± 0,01) г/дм³.

1.1. Приготовление раствора А

В калиброванную чистую мерную колбу вместимостью 50 см³ пипеткой вносят 5,0 см³ стандартного раствора, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация формальдегида *в растворе А* – 100 мг/дм³. Допускается хранить в холодильнике в посуде из темного стекла не более 1 мес.

1.2. Приготовление раствора Б

В калиброванную чистую мерную колбу вместимостью 100 см³ пипеткой вносят 5,0 см³ раствора А, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

Массовая концентрация формальдегида *в растворе Б* – 5,0 мг/дм³.

Раствор используют в день приготовления.

1.3. Приготовление градуировочных растворов

В пронумерованные мерные колбы вместимостью 25 см³ вносят раствор Б в соответствии с таблицей, 10,0 см³ ацетилацетоноаммиачного реагента, приготовленного по п. 6.7, доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Погрешность приготовления градуировочных растворов не превышает 2 %.

Таблица

№ градуировочного раствора	Массовая концентрация формальдегида в растворе $C_{гр}$, мг/дм³	Объем раствора Б, см³
1	2	3
1	1,50	7,50
2	1,25	6,25
3	1,00	5,00
4	0,80	4,00

Продолжение таблицы

1	2	3
5	0,60	3,0
6	0,40	2,0
7	0,30	1,50
8	0,20	1,00
9	0,10	0,50
10	0,05	0,25

Параллельно готовят раствор сравнения № 2 в соответствии с п. 7.2.2.

Плотно закрытые колбы с градуировочными растворами и раствором сравнения № 2 термостатируют при (50 ± 1) °С в течение (20 ± 1) мин и охлаждают водой до комнатной температуры.

Измерения оптической плотности приготовленных растворов выполняют не позднее 60 мин после охлаждения.

2. Измерение оптической плотности градуировочных растворов

2.1. Выполнение измерений

Раствор формальдегида № j (*j* – номер градуировочного раствора, *j* – от 1 до 10) наливают в рабочую кювету фотоколориметра.

Одновременно в кювету сравнения наливают дистиллированную воду, приготовленную по п. 6.5.

Кюветы с растворами устанавливают в кюветодержатель так, чтобы их торцевые грани находились в одной плоскости. Определяют (в соответствии с инструкцией по эксплуатации используемого средства измерения) по трем наблюдениям оптическую плотность для j-го градуировочного раствора дистиллированной воды – $D_{грj}$.

Аналогично выполняют измерения оптической плотности всех остальных градуировочных растворов и раствора сравнения № 2 – D_c.

Измерения выполняют в кюветах номинальной рабочей длиной 50 и 30 мм.

Для каждого градуировочного раствора измеряют $D_{грj}$ и вычисляют величину:

$$D_{0j} = D_{грj} - D_c - \Delta_к$$

2.2. Построение градуировочной характеристики

2.2.1. По найденным средним значениям D_{0j} для измерений в кюветах номинальной рабочей длиной 50 и 30 мм вычисляют угловой коэффициент B методом наименьших квадратов по формуле:

$$B = \sum C_{grj} D_{0j} / \sum \left[C_{grj}\right]^2$$

2.2.2. По найденным значениям D_{0j} могут быть построены линейные градуировочные графики для измерений в кюветах номинальной рабочей длиной 50 и 30 мм в координатах «концентрация формальдегида в пробе, мг/дм³» – «оптическая плотность». Из графиков находят угловой коэффициент B.

Градуировка признается удовлетворительной, если:

$$(C_{grj} - B \cdot D_{0j}) \cdot 100 / C_{grj} \leq 4\ \%$$

Рекомендуемый масштаб построения графиков:

- по оси абсцисс – 20 мм/0,1 мг/дм³;
- по оси ординат – 20 мм/0,1 единицы оптической плотности.

3. Порядок построения градуировочных характеристик

Градуировочные характеристики для выполнения измерений по настоящей МВИ определяют в следующих случаях:

- при получении нового экземпляра прибора;
- после ремонта оптической схемы;
- при получении новых партий реактивов;
- в случаях, предусмотренных п. 10.2;
- в плановом порядке 1 раз в год.

gost.e-ecolog.ru