Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.1575—4.1.1614—03

Выпуск 38

Москва • 2003

gost.e-ecolog.ru

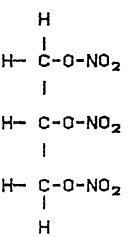
МУК 4.1.1602-03

УТВЕРЖДАЮ
Первый заместитель Министра
здравоохранения Российской Федерации
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации.
_____ Г.Г. ОНИЩЕНКО
29 июня 2003 г.
МУК 4.1. 1602-03
Дата введения: с момента утверждения

4.I. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ, ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по спектрофотометрическому измерению концентраций Пропан -I,2,3- триола тринитрата (нитроглицерина) в воздухе рабочей зоны



$C_3H_5N_3O_9$ М.м .227,I0

Нитроглицерин. Бесцветная или светло-желтая маслянистая жидкость без запаха, сладковатого вкуса. Плотность I,6 при I5°С. Температура кипения I60°С при I5 мм.рт.ст., температура плавления I3,2°С. Летучесть нитроглицерина при 20°С составляет 0,232 мг/л или 232 мг/м^3. При низких температурах затвердевает, может образовывать кристаллы. В I00 мл воды при 20°С растворяется 0,I8 г нитроглицерина, в I00 мл абсолютного спирта - 54 г при 20°С.

Концентрированные растворы щелочей разлагают нитроглицерин с образованием глицерина и азотнокислой соли. При действии спиртовой щелочи получаются соли азотной и азотистой кислот. Хранение по списку Б, герметично, в сухом прохладном, защищенном от света месте, вдали от огня.

В воздухе находится в виде паров.

Нитроглицерин действует на центральную нервную систему. Вызывает расширение кровеносных сосудов. Раздражает кожу.

ПДК в воздухе 0,02 мг/м^3. "+" „0" I класс опасности.

Характеристика метода

Метод определения основан на гидролизе нитроглицерина в спиртовом растворе гидроокиси натрия с образованием нитрит-ионов и с последующим их спектрофотометрическим определением с реактивом Грисса - Илосвая. Измерение производят при длине волны 526 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием в 95 % этиловый спирт.

Нижний предел измерения содержания нитроглицерина в анализируемом объеме пробы I,0 мкг.

Нижний предел измерения концентрации вещества в воздухе 0,0095 мг/м^3. (при отборе I05 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 0,0095 до 0,285 мг/м^3.

Суммарная погрешность не превышает ∓ I6,6%

Определению не мешают ионы нитратов, окислы азота, азотная кислота.

Время проведения измерения 4 часа 30 минут.

Приборы, аппаратура, посуда

Спектрофотометр Specord M-40, Carl Zess

Аспирационное устройство, модель 822, ТУ 64-I-862-72.

Колбы мерные, вместимостью 25, 50, I00 мл., ГОСТ I770-74 Е.

Колбы грушевидные, вместимостью 50 мл, ГОСТ 23932-90.

Пипетки, вместимостью I, 2, 5 и I0 мл., ГОСТ 29227-9I.

Пробирки колориметрические, вместимостью I0 мл.,ГОСТ 25336-82 Е

Цилиндры мерные, вместимостью 25 мл., ГОСТ I770-74 Е.

Поглотительные приборы Рыхтера 7Р, ТУ-25-II-I08I-75.

Стаканы химические, вместимостью 50 мл., ГОСТ I9908-85.

Весы лабораторные аналитические ВЛА-200, ГОСТ 24104-88Е.

Воронки химические диаметром 30 мм, ГОСТ 25336 - 82 Е.

Баня водяная лабораторная, ТУ 64-I-2850-76.

Секундомер, ГОСТ 5072-97.

Термометр лабораторный стеклянный от 0° до $+100^{o}$С.,

ГОСТ I6590-7I.

Реактивы, растворы, материалы

Нитроглицерин I% раствор, Государственная Фармакопея X-изд.625

Спирт этиловый 95 % , ГОСТ 5963-67.

Натрия гидрооксь, х.ч., ГОСТ 4328-77, I5% раствор.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

Кислота серная , х.ч. ГОСТ 4204-77, 20% раствор.

Кислота уксусная ледяная , ГОСТ 6I-75, I0% раствор.

Кислота сульфаниловая, х.ч., ГОСТ 5821-78. Раствор сульфаниловой кислоты. Готовят растворением 0,5 г. сульфаниловой кислоты в I50 мл I0% раствора ледяной уксусной кислоты.

I-Нафтиламин, ч.д.а. ГОСТ 8827-74. 0,I г I-нафтиламина нагревают с 20 мл дистиллированной воды на кипящей водяной бане до образования на дне лиловой капли. Бесцветный раствор декантируют и доводят до I50 мл I0% раствором ледяной уксусной кислоты.

Реактив Грисса-Илосвая. Перед употреблением смешивают равные объемы растворов сульфаниловой кислоты и I- нафтиламина.

Растворы сульфаниловой кислоты и I- нафтиламина хранят в темных склянках: они пригодны к употреблению, пока не приобретут бурую окраску.

Все реактивы и дистиллированная вода не должны давать положительной реакции на ион нитрита.

Основной стандартный раствор нитроглицерина с концентрацией 400 мкг/мл: Iг (точная навеска) I% раствора нитроглицерина помепомещают в мерную колбу вместимостью 25 мл и доводят объем раствора 95% этанолом до метки. Раствор устойчив в течение месяца при хранении в склянке оранжевого стекла в холодильнике.

Стандартный раствор № I с концентрацией нитроглицерина 50 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением основного стандартного раствора 95% этанолом. Раствор применяют свежеприготовленным.

Стандартный раствор № 2 с концентрацией нитроглицерина 5 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № I 95% этанолом. Раствор применяют свежеприготовленным.

Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 7 л/мин аспирируют через два поглотительных прибора Рыхтера 7Р, содержащих по I0 мл 95% этанола при охлаждении (лед с солью). Для определения I/2 ПДК следует отобрать I05 л воздуха. Пробы хранят в течение суток в сухом, защищенном от света месте, вдали от огня.

Подготовка к измерению

Градуировочные растворы (устойчивы в течение часа) готовят согласно таблице:

Таблица

Шкала градуировочных растворов

N стандарта	Стандартный раствор № I мл.	Стандартный раствор № 2 мл.	95% этанол мл.	Содержание нитроглицерина в градуировочном растворе мкг.
1	0,00	0,00	20,00	0,0
2	0,00	0,20	19,80	1,0
3	0,00	0,40	19,60	2,0
4	0,00	1,00	19,00	5,0
5	0,20	0,00	19,80	10.0
6	0,40	0,00	19,60	20,0
7	0,60	0,00	19,40	30,0

Градуировочные растворы готовят в грушевидных колбах, вместимостью 50 мл. Колбу помещают на водяную баню нагретую до ≈ 50°С на 3 минуты (не больше). Затем прибавляют 0,I мл I5 % раствора гидроокиси и выпаривают досуха на кипящей водяной бане.

Сухой остаток в колбе растворяют в 4 мл дистиллированной воды. Затем добавляют 0,I мл 20 % раствора серной кислоты и I мл реактива Грисса - Илосвая. После прибавления каждого реактива раствор перемешивают.

Через 30 минут измеряют оптическую плотность полученных растворов при длине волны 526 нм. Измерения проводят в кюветах с толщиной поглощающего слоя I0 мм по отношению к контрольному раствору не содержащему определяемого вещества (раствор № I по таблице).

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс-соответствующие им величины содержания вещества в градуировочном растворе (мкг.)

Проверка градуировочного графика проводится I раз в 3 месяца или в случае использования новой партии реактивов.

Проведение измерения

Содержимое поглотительных приборов переносят в цилиндр вместимостью 25 мл, доводят объем раствора до 20 мл 95% этанолом. Затем полученный раствор переносят в грушевидную колбу, вместимосью 50 мл Раствор обрабатывают аналогично градуировочным растворам. Оптитическую плотность получаемых анализируемых растворов измеряют в кювете с толщиной поглощающего слоя I0 мм при длине волны 526 нм по отношению к контрольному раствору , который готовят одновременно и аналогично пробам.

Количественное определение содержания нитроглицерина в (мкг) в анализируемой пробе проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

Концентрацию нитроглицерина "С" в воздухе (в мг/м ^{3}) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a}{V}, \text{ где}$$

a - содержание вещества, найденное в анализируемом объеме раствора по градуировочному графику, мкг;

V - объем воздуха отобранный для анализа (л) и приведенный к стандартным условиям (Приложение I).

МУК 4.I.

Приложение I

Приведение объёма воздуха к стандартным условиям (температура 20°С и давление 760 мм рт.ст.) проводят по формуле:

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

V_t - объём воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, кПа (101,33 кПа=760 мм рт.ст.);

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

Для удобства расчёта V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°С	Давление Р, кПа/мм рт.ст.									
	97,33/ 730	97,66/ 732	98,4/ 738	98,93/ 742	99,46/ 746	100/ 750	100,53/ 754	101,06/ 758	101,33/ 760	101,86/ 764
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1456	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1216	1,1276	1,1336	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0986	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
- 6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
- 2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+ 2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+ 6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	0,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
[illegible]	[illegible]	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9518	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

gost.e-ecolog.ru