Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования
Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.879—4.1.956—99

Выпуск 36

Издание официальное

Минздрав России
Москва • 1999

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДАЮ

Главный государственный санитарный врач Российской Федерации

_____ Г.Г.ОНИЩЕНКО

30 11 1999 г.

МУК 4.I. 953-99

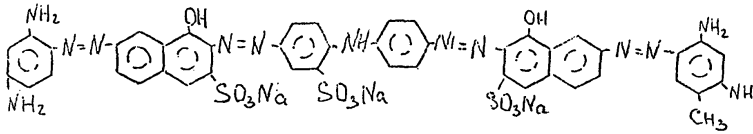
Дата ведения: с момента утверждения

4.I. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

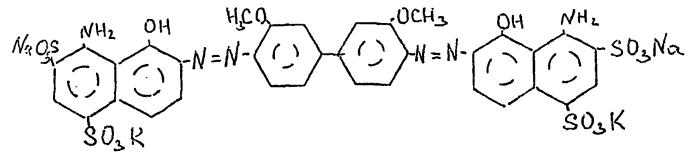
по спектрофотометрическому измерению концентраций органических прямых красителей на основе 4,4'-диаминодифенила чистоголубого и черного С в воздухе рабочей зоны

Прямой черный С



$C_{45}H_{34}N_{13}Na_4O_{11}S_3$ М.М. 1098

Прямой чистоголубой



$C_{34}H_{24}K_2N_6Na_2O_{16}S_4$ М.М. 1026

Прямой чистоголубой - порошок голубого цвета с высокой температурой плавления. Хорошо растворяется в воде, спирте, плохо в органических растворителях (хлороформе, бензоле, этилацетате).

Прямой черный С - однородный порошок черного цвета хорошо растворяется в воде с образованием раствора фиолетово-черного цвета, растворяется в концентрированной серной кислоте, концентрированнной соляной кислоте, в 10% растворе едкого натрия.

Обладают общетоксическим действием.

В воздухе находятся в виде аэрозоля.

ПДК в воздухе 3 мг/м3.

Характеристика метода

Определение основано на измерении оптической плотности раствора в воде при длине волны 605 нм для прямого черного С и 484 нм для прямого чистоголубого.

Нижний предел измеряемой концентрации в анализируемом объеме - 2 мкг/мл.

Нижний предел измерения в воздухе - 1,5 мг/м3 (при отборе 8 л воздуха).

Измерению не мешают анизидин, производные нафтилсульфокислот, фенилендиамины.

Суммарная погрешность измерения не превышает ±18%.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, 40 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Спектрофотометр марки СФ-26

Фильтрдержатель

Аспирационное устройство

Стаканы химические, вместимость 50 мл, ГОСТ 10394-72

Мерные колбы, вместимостью 50, 100 и 1000 мл, ГОСТ 1774-74

Пипетки, вместимостью 1,2 и 5 мл, ГОСТ 20292-74

Реактивы, растворы, материалы

Краситель прямой чистоголубой - ТУ-6-14-45-75, прямой черный С - ТУ-6-14-965-78

Фильтры АФА-ВП-20

Стандартный раствор N1 красителя с концентрацией 0,2 мг/мл готовят растворением 20 мг красителя в мерной колбе, вместимостью 100 мл в дистиллированной воде.

Стандартый раствор N2 с концентрацией 0,02 мг/мл готовят со-

ответствующим разбавлением водой стандартного раствора N1. Раствор устойчив 2 дня.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 2 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-20, закрепленный в фильтродержатель. Для измерения 1/2 ПДК необходимо отобрать 8 л воздуха. Пробы сохраняются в бюксах в течение 5 дней.

Подготовка к измерению

Градуировочные растворы готовят согласно таблице. 4I

Шкала градуировочных растворов

Таблица 4I

NN п/п	Стандартный раствор N2, мл	Вода мл	Концентрация красителя в градуировочном растворе, мкг/мл
1	0	10,0	0,0
2	1,0	9,0	2,0
3	2,0	8,0	4,0
4	5,0	5,0	10,0
5	8,0	2,0	16,0
6	10,0	0,0	20,0

Измеряют оптическую плотность растворов прямого чистоголубого при длине волны 605 нм и прямого черного С при длине волны 484 нм в кювете с толщиной оптического слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (раствор N1 по таблице). Строят градуировочный график, выражающий зависимость оптической плотности раствора от концентрации красителя в градуировочном растворе (млк/мл). Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в 3 месяца.

Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой переносят в химический стакан и заливают 5 мл воды, оставляют на 15 мин. периодически помешивая стеклянной палочкой для лучшего растворения вещества. Степень десорбции вещества с фильтра 97%. Раствор сливают в кювету и измеряют оптическую плотность полученного раствора аналогично градуировочным растворам по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробе, используя чистый фильтр. Количест-

венное определение красителей проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентраций

Концентрацию красителей в воздухе "С" (мг/м3) вычисляют по формуле: $C = \frac{a \cdot в}{V}$, где

а - концентрация вещества в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг/мл

в - общий объем раствора пробы, мл

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

Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79 (температура 20°С, давление 760 мм рт.ст.) проводят по следующей формуле:

$$V = \frac{V_t\,(273+20)\cdot P}{(273+t^\circ)\cdot 101,33}$$,где

V_t – объем 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 расчета V следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к температуре 20°С и к давлению 760 мм рт.ст.надо умножить V_t на соответствующий коэффициент..

Приложение 2

Коэффициент К для привдения объема воздуха к стандартным условиям

°С	Давление Р, кПа/мм рт.ст.									
	97,33/730	97,86/734	98,4/738	98,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,33/760	101,86/764
10	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2038	1,2122
16	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
12	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1400	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	1,0635	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	1,0357
10	0,9944	0,9999	1,0054	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	0,9878	0,9880	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	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	0,9655	0,9605	0,9658	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0.9288	0.9339	0,9391	0,9440	0,9432	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
34			0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

gost.e-ecolog.ru