МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

(переработанные технические условия, выпуск № 9)

Москва — 1986 г.

gost.e-ecolog.ru

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
" 6 " ноября 1986 г.
№ 4196-86

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ФЕНАНТРЕНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м. 178,24

Фенантрен – кристаллическое вещество белого цвета. Температура плавления 100°С, температура кипения 340,2°С. Нерастворим в воде, хорошо растворим в органических растворителях – спирте, эфире, хлороформе, ацетоне, бензоле, толуоле. В воздухе присутствует в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

Определение основано на образовании окрашенного в малиновый цвет соединения при окислении фенантрена перманганатом калия в уксуснокислой среде и последующем взаимодействии продукта реакции с уксуснокислым или углекислым гуанидином.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы 25 мкг.

Предел измерения фенантрена в воздухе 0,4 мг/м^3 (при отборе 312 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций фенантрена 0,4–4,0 мг/м^3.

Граница суммарной погрешности измерения фенантрена в воздухе

не превышает ±25%.

Предельно допустимая концентрация фенантрена в воздухе 0,8мг/м^3.

2. Реактивы, растворы и материалы

Фенантрен, хч, ТУ 5П-134-74.

Основной стандартний раствор фенантрена с содержанием I мг/мл готовят растворением 25 мг вещества в 25 мл уксусной кислоты в мерной колбе на 25 мл. Раствор устойчив в течение месяца.

Стандартный раствор с содержанием 250 мкг/мл фенантрена готовят соответствующим разведением основного раствора уксусной кислотой. Раствор устойчив в течение недели.

Кислота уксусная, хч, ГОСТ 6I-75, ледяная.

Калий марганцевокислый, хч, ГОСТ 20490-75, 0,2 н раствор.

Бензол, хч, ГОСТ 5955-75.

Спирт этиловый, ректификат, ГОСТ 5962-67.

Фильтры АФА-ХА-20.

3. Приборы и посуда

Фотоэлектроколориметр.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Пробирки химические, ГОСТ I05I5-75.

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

Пипетки, ГОСТ 20292, вместимостью I,2 и 5 мл.

Баня водяная или глицериновая.

Термометр на 250°С.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 10 л/мин. аспирируют через фильтр АФА-ХА-20, помещенный в фильтродержатель. Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 312 л воздуха. Пробы могут сохраняться в течение недели.

Условия анализа

Фильтр с отобранной пробой помещают в развернутом виде в воронку и смывают постепенно 5 мл уксусной кислоты в пробирку. Для анализа берут 1 мл полученного раствора, добавляют 1 мл 0,2 н раствора марганцевокислого калия и оставляют стоять на 30 мин. После этого в пробирки добавляют по 1 мл 0,2 н раствора щавелевой кислоты и пробы помещают на несколько минут в кипящую водяную баню для обесцвечивания избытка перманганата калия. После охлаждения образовавшийся фенантрахинон экстрагируют 3 мл бензола. Бензольный слой отделяют и выпаривают досуха на водяной бане. К сухому остатку, смоченному 4 каплями бензола, прибавляют на кончике шпателя ацетат или карбонат гуанидина и производят сплавление в глицериновой бане при температуре 170-200°С, в течение нескольких минут. На положительную реакцию указывает образование синего красителя. После охлаждения в пробирки добавляют по 3 мл этилового спирта и измеряют оптическую плотность полученного раствора в кювете с толщиной слоя 5 мм при длине волны 530 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Содержание фенантрена в анализируемом объеме пробы находят по предварительно построенному градуировочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице.

Таблица 25

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор фенантрена, мл	Уксусная кислота, мл	0,2н раствор марганцевокислого калия	0,2н раствор щавелевой кислоты	Бензол	Этиловый спирт	Содержание фенантрена, мкг
I	0	I,0	по I мл	по I мл	по	по 3мл	0
2	0,I	0,9	во	во	3мл	во	25
3	0,2	0,8	все	все	во	все	50
4	0,4	0,6	про-	про-	все	про-	I00
5	0,6	0,4	бир-	бир-	про-	бир-	I50
6	0,8	0,2	ки	ки	бир-	ки	200
7	I,0	0					250

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам.

Концентрацию фенантрена в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{q_f \cdot V}{V_1 \cdot V_{20}}$$, где

q_f – количество фенантрена, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V – общий объем пробы, мл;

V_1 – объем пробы, взятый для анализа, мл;

V_{20} – объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см.приложение I), л.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot (273+20) \cdot P}{(273+t) \cdot 101,33}$$, 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, C^0.

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

К О Э Ф Ф И Ц И Е Н Т Ы

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°С и атмосферное давление 101,33 кПа

°С	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122	1,2185
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925	1,1986
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735	1,1795
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551	1,1611
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373	1,1432
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200	1,1258
-6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032	1,1039
-2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869	1,0925
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789	1,0846
+2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712	1,0767
+6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557	1,0612
+10	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407	1,0462

Продолжение приложения 2

I	2	3	4	5	6	7	8	9	I0	II	I2
+I4	0,9806	0,9860	0,99I4	0,9967	0,0027	I,0074	I,0I28	I,0I83	I,0209	I,0263	I,03I6
+I8	0,967I	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	I,0043	I,0069	I,0I22	I,0I75
+20	0,9605	0,9658	0,97II	0,9763	0,98I6	0,9868	0,992I	0,9974	I,0000	I,0053	I,0I05
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	I,0036
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,963I	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,99I7	0,9968
+26	0,94I2	0,9464	0,95I6	0,9566	0,96I8	0,9669	0,972I	0,9773	0,9799	0,985I	0,9902
+28	0,9349	0,940I	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
+30	0,9288	0,9339	0,939I	0,9440	0,9482	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772
+34	0,9I67	0,92I8	0,9268	0,93I8	0,9368	0,94I8	0,9468	0,95I9	0,9544	0,9595	0,9644
+38	0,9049	0,9099	0,9I49	0,9I98	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,942I	0,947I	0,9520

gost.e-ecolog.ru