ИНФОРМАЦИОННО-ИЗДАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ГОСКОМСАНЭПИДНАДЗОРА РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

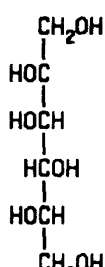
МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Выпуск 23/1

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДЕНО
Заместителем Главного
государственного
санитарного врача СССР
А.И.Заиченко
"12" декабря 1988г.
N 4812-88

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по фотометрическому измерению концентраций D-сорбита в воздухе рабочей зоны



М.м. 182,17

D-Сорбит — шестиатомный спирт, кристаллизуется с одной молекулой воды, представляет собой белый кристаллический порошок, хорошо растворяется в воде. $T_{пл.}$ безводного вещества 110°С. Удельное вращение плоскости поляризации в водном растворе $[альфа]_0^{20} = -1,7°$.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

D-Сорбит относится к малотоксичным веществам.

ПДК в воздухе — 10 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на окислении D-сорбита йодной кислотой до муравьиной кислоты и формальдегида, взаимодействии последнего с фуксинсернистым реактивом и последующем измерении оптической плотности окрашенного продукта реакции при 550 нм. Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания D-сорбита в анализируемом объеме пробы — 160 мкг.

Нижний предел измерения — сорбита в воздухе 5 мг/м^3 (при отборе 53 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций от 5 до 25 мг/м^3.

Измерению не мешают формальдегид; мешают моносахариды и другие вещества окисляющиеся йодной кислотой до формальдегида.

Суммарная погрешность измерения не превышает 25%.

Время выполнения анализа, включая отбор пробы, 75 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Спектрофометр.

Аспирационное устройство.

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1-10 мл.

Бюксы, ГОСТ 7148-70, вместимостью 10 мл.

Пробирки с пришлифованными пробками, ГОСТ 10515-75, вместимостью 15 мл.

Фильтродержатели, ТУ 95.72.05-77.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Реактивы, растворы и материалы

D-Сорбит, ТУ 64-5-17-80.

Серная кислота, ГОСТ 4204-77, ч.д.а., 5 и 10% (по объему) растворы.

Соляная кислота, ГОСТ 3118-77, ч.д.а., плотность 1,19.

Натрий сернистокислый, ГОСТ 429-76, ч.д.а., 20% раствор, готовят в день анализа.

Калий йоднокислый (метапериодат калия), МРТУ 6-09-6598-70, ч.д.а., 2,5% раствор в 5% серной кислоте, готовят в день анализа.

Фуксин основной для фуксинсернистой кислоты, МРТУ 6-09-4091-75, ч.д.а. Растворяют при нагревании 0,1 г фуксина в 50 мл воды. Охлаждают, добавляют 2,5 г кристаллического сульфита натрия, 1,5 мл концентрированной соляной кислоты и разбавляют водой до 100 мл. Через 2-3 ч раствор окрашивается в желтовато-розоватый цвет. Реактив сохраняется в темном месте не менее трех недель.

Стандартный раствор D-сорбита с концентрацией 0,8 мг/мл готовят растворением 0,020 г вещества в 25 мл дистиллированной воды. Раствор устойчив в течение недели.

Фильтры АФА-ХП-10.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 10 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, помещенный в фильтродержатель.

Для измерения 1/2 ПДК следует отобрать 53 л воздуха. Отобранные пробы сохраняются три месяца в сухом, прохладном месте.

Подготовка к измерению

Градуировочные растворы готовят согласно таблице 20 в пробирках вместимостью 15 мл.

В градуировочные растворы добавляют по 1 мл 10% серной кислоты, 0,5 мл 2,5% раствора метапериодата калия в 5% серной кислоте и содержимое пробирок перемешивают. Через 30 мин. в каждую пробирку добавляют несколько капель (примерно 0,2 мл) 20% раствора сульфита натрия для разрушения избытка йодной кислоты (растворы должны быть бесцветными), а затем по 1 мл фуксинсернистого реактива и вновь перемешивают. Через 30 мин. измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 550 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения (раствор N 1 по табл.).

Таблица 20

Шкала градуировочных растворов

N стандарта	Стандартный раствор, мл	Дистиллированная вода, мл	Содержание сорбита в градуировочном растворе, мкг/мл
1	0,0	3,0	0
2	0,2	2,8	160
3	0,3	2,7	240
4	0,4	2,6	320
5	0,5	2,5	400
6	0,7	2,3	560
7	1,0	2,0	800

Затем строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, а на ось абсцисс — соответствующие им величины содержаний вещества в градуировочном растворе (в мкг).

Проверка градуировочного графика проводится в случае использования новой партии реактивов, но не реже 1 раза в квартал.

Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой переносят в бюкс, добавляют 5 мл дистиллированной воды, выдерживают 15 минут, периодически перемешивая. Затем 3 мл раствора переносят в пробирку с пришлифованной стеклянной пробкой и обрабатывают аналогично градуировочным раствором. Измеряют оптическую плотность и по градуировочному графику находят содержание вещества в анализируемой части пробы. Если оптическая плотность раствора не укладывается в градуировочный график, то для анализа берут 0,5-1 мл раствора пробы, доводят объем раствора до 3 мл и далее обрабатывают, как описано выше.

Расчет концентрации

Концентрацию вещества (С) в воздухе (в мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = (a * в) / (б * V), \text{ где}$$

а — содержание вещества в анализируемом объеме пробы, найденное по градуировочному графику, мкг;

в — общий объем раствора пробы, мл;

б — объем раствора пробы, взятый для анализа, мл;

V — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л (см. Приложение 1).

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = [V * (273 + 20) * P]/ [(273 + t^{O}) * 101,33],$$ где

V — объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P — барметрическое давление, кПА (101,33 кПа = 760 мм рт. ст.)

t — температура воздуха в месте отбора пробы, ^{O}C.

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

Коэффициент К для приведения 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)
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458
-18	1,1036	1,1097	1,1159	1,1218	1,1278
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0986
-06	1,0640	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772
-02	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535
+02	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459
+06	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309
+10	0,9944	0,9990	1,0054	1,0108	1,0162
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9880	0,9884
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	0,9816
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9955
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9432
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248

°C	Давление Р, кПа (мм рт. ст.)				
	100 (750)	100,53 (754)	101,06 (758)	101,33 (760)	101,86 (764)
-30	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-26	1,1705	1,1763	1,1831	1,1862	1,1925
-22	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-18	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551
-14	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
-10	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
-06	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
-02	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+02	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+06	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+24	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+26	0,9669	0,9721	0,9773	0,9755	0,9851
+28	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9542	0,9594	0,9646	0,9670	0,9723
+34	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

gost.e-ecolog.ru