ИНФОРМАЦИОННО-ИЗДАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ГОСКОМСАНЭПИДНАДЗОРА
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

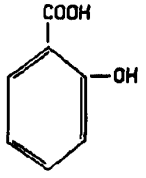
Выпуск 28

Москва 1993

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДЕНО
Заместителем Главного государственного
санитарного врача СССР М.И.Наркевичем
"10" октября 1991 г.
N 6003-91

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по фотометрическому измерению концентраций салициловой кислоты в воздухе рабочей зоны



$C_7H_6O_3$ М.м. 138,12

Салициловая (орто-оксибензойная) кислота — белое кристаллическое вещество. Температура плавления 159°С, температура кипения 211°С (20 мм рт.ст.). Растворима в воде (0,8 г/л при 20°С), хорошо растворима в хлороформе, тиловом спирте, эфире, диметилформамиде, диметилсульфоксиде, уксусной кислоте. Упругость насыщенных паров 1 мм рт.ст при 113,7°С.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Салициловая кислота вызывает нарушение функций печени, почек, сердечно-сосудистой системы, раздражает кожу и слизистые оболочки глаз.

ПДК в воздухе — 0,1 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на реакции салициловой кислоты с солями трехвалентного железа и последующем фотометрическом измерении продукта реакции, окрашенного в фиолетовый цвет, при длине волны 530 нм.

Отбор проб воздуха проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения концентрации салициловой кислоты в анализируемом растворе — 25 мкг.

Нижний предел измерения содержания вещества в воздухе — 0,05 мг/м^3 (при отборе 500 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций от 0,05 до 0,8 мг/м^3.

Измерению не мешает фенол в концентрации до 8 мг/м^3.

Суммарная погрешность измерения не превышает 12,6%.

Время выполнения измерения, включая отбор пробы, 1,5 часа.

Приборы, аппаратура, посуда

Фотоэлектроколориметр.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели, ТУ 95-743-80..

Аналитические фильтры АФА-ВП-10; ТУ 95-743-80..

Микростаканчики.
Колбы мерные, ГОСТ 20292-74, вместимостью 50 и 100 мл.
Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 5 и 10 мл.
Пробирки с пришлифованными пробками, ГОСТ 10515-63, вместимостью 15 мл.
Бюксы стеклянные, ГОСТ 7184-54.
Посуда стеклянная лабораторная, ГОСТ 1770-74.

Реактивы, растворы, материалы

Кислота салициловая, техн., ГОСТ 5844-51, перекристаллизованная из хлороформа.
Спирт этиловый, ГОСТ 18300-72.
Кислота уксусная, ледяная, ГОСТ 61-69.
Кислота соляная, х.ч., ГОСТ 3138-67, 0,5 М раствор.
Стандартный раствор салициловой кислоты с концентрацией 100 мкг/мл готовят растворением 10 мг кислоты в этиловом спирте в мерной колбе вместимостью 100 мл, подкисляют одной каплей ледяной уксусной кислоты. Раствор устойчив 5 дней.
Железоаммонийные квасцы, ч., ГОСТ 4205-68, 8%-ный раствор, годен к употреблению в течение месяца.
Реактив на салициловую кислоту готовят смешением 10 мл 8%-ного раствора железоаммонийных квасцов с 10 мл 0,5 М раствора соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 500 мл, доводят до метки дистиллированной водой.
Составной раствор свежеприготовленный готовят смешением 50 мл этилового спирта с дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 мл. Раствор подкисляют одной каплей ледяной уксусной кислоты.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 20 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, закрепленный в фильтродержателе. Для измерения 1/2 ПДК следует отобрать 500 л воздуха. Фильтры с отобранными пробами помещают в бюксы. Пробы сохраняются в течение месяца.

Подготовка к измерению

Градуировочные растворы (устойчивы в течение часа) готовят согласно таблице 54.

Таблица 54

Шкала градуировочных растворов

N стандарта	Стандартный раствор, мл	Составной раствор, мл	Реактив на салициловую к-ту, мл	Содержание салициловой к-ты, мкг
0	0	8,0	2	0
1	0,25	7,75	2	25
2	0,5	7,5	2	50
3	1,0	7,0	2	100
4	2,0	6,0	2	200
5	4,0	4,0	2	400
6	5,0	3,0	2	500
7	6,0	2,0	2	600
8	8,0	0	2	800

Измеряют оптическую плотность приготовленных градуировочных растворов на фотоэлектроколориметре при длине волны 530 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 20 мм по отношению к контрольному раствору.

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значение оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс — соответствующие им концентрации салициловой кислоты (в мкг) в градуировочных растворах.

Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в 3 месяца или в случае использования новой партии реактивов.

Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой переносят в бюкс, обрабатывают 4 мл этилового спирта и выдерживают в течение 5 минут, периодически встряхивая. Фильтр тщательно отжимают стеклянной палочкой, приливают 5 мл дистиллированной воды, подкисленной ледяной уксусной кислотой и 2 мл реактива на салициловую кислоту. Затем измеряют оптическую плотность раствора пробы аналогично градуировочным растворам по сравнению с контролем, который готовят обработкой чистого фильтра одновременно и аналогично пробе.

Содержание салициловой кислоты в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

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

$$C = a / V, \quad \text{где}$$

a — количество вещества в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочному графику, мкг;

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

ПРИЛОЖЕНИЕ 1
Справочное

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

$$C = \frac{Vt * (273 + 20) * P}{(273 + t^{o}) * 101{,}33}, \text{ где}$$

V_t — объем воздуха, отобранный для анализа, л;
P — барометрическое давление, кПа; (101,33 кПа = 760 мм рт.ст.);
t^o — 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
Справочное

Коэффициент К
для приведения объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79

°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

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

(продолжение)

°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