МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

Москва, 1980

gost.e-ecolog.ru

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

Москва, 1980 г.

Сборник методических указаний составлен методической секцией по промышленно-санитарной химии при проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии".

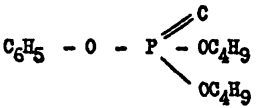
Выпуск XVI

Настоящие методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле.

Редакционная коллегия: Тарасов В.В., Бабина М.Д., Набиев М.Н., Дьякова Г.А., Озечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"23" сентября 1980 г
№ 2220-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИБУТИЛФЕНИЛФОСФАТА В ВОЗДУХЕ



М.м. 286

Дибутилфенилфосфат (ДБФФ) жидкость, практически без запаха, удельный вес при 20°С – I,065, Т.кип. – I65°С при 5 мм рт.ст. Т.кип – 330°С при 76 мм рт.ст., Т.пл ниже (–) 70°С, упругость пара в мм рт.ст. при 20°С 8 $\cdot 10^{-4}$ (расчетная). В воде нерастворим, в органических растворителях растворим без ограничения.

I. Общая часть

I. Определение основано на разрушении ДБФФ до фосфорной кислоты и фотометрическом определении последней по синему фосфорно-молибденовому комплексу.

2. Предел обнаружения 20 мкг в анализируемом объеме раствора

3. Предел обнаружения 0,05 мг/м^3 (расчетный)

4. Погрешность определения ± 25%

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,05–0,2 мг/м^3

6. Другие фосфор-мышьяковоорганические соединения мешают определению

7. Предельно допустимая концентрация дибутилфенилфосфата в воздухе 0,1 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы:

Калий фосфорнокислый однозамещенный, ч.д.а., ГОСТ 4198-65, перекристаллизованный

Стандартный раствор № 1, содержащий 100 мкг/мл, готовят растворением 0,0109 г однозамещенного фосфата калия в мерной колбе емкостью 25 мл. Устойчив 1 месяц.

Стандартный раствор № 2, содержащий 10 мкг/мл, готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1. Устойчив 5 дней.

Серная кислота, х.ч., ГОСТ 4204-77, концентрированная и 10% раствор.

Аммоний молибденово-кислый, х.ч., ГОСТ 3765-64, 2,5% раствор в 10% серной кислоте. Растворение проводят при нагревании на водяной бане. Раствор сохраняется в темной склянке в течение 4-5 суток.

Гидразин сернокислый, ч.д.а., ГОСТ 5841-65, 0,1 раствор. Раствор устойчив в течение 2-3 суток.

Этиловый спирт, ГОСТ 5963-67

Обессоленный фильтр "синяя лента",

9. Применяемая посуда и приборы:

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Колбы Кельдаля, емкостью 50 мл

Колориметрические пробирки, плоскодонные из бесцветного стекла высотой 120 мм, и внутренним диаметром 15 мм.

Делительные воронки емкостью 25 мл

Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1,5 и 10 мл с ценой деления на 0,01; 0,05 и 0,1 мл

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 мл.

Баня водяная

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 20 л/мин аспирируют через укрепленный в фильтродержатель бумажный фильтр. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 600 л воздуха.

IУ. Описание определения

Фильтр помещают в делительную воронку и заливают дважды по 3 мл этилового спирта. Делительную воронку энергично встряхивают и оставляют на 30 минут. Содержимое делительной воронки переносят в колбу Кьельдаля, фильтр отжимают стеклянной палочкой и раствор сливают в колбу Кьельдаля. Затем колбу помещают в водяную баню и выпаривают спирт досуха. К сухому остатку добавляют 0,02 г аммония азотнокислого и 1 мл конц. серной кислоты и смесь нагревают через асбестовую сетку на пламени газовой горелки до выделения густых белых паров серного ангидрида. Затем колбу охлаждают и добавляют трижды по 1 мл дистиллированной воды, выпаривая воду почти досуха, для перевода мета- и пирофосфатов, которые могут образоваться при нагревании с H_2SO_4. Полученный раствор после охлаждения переливают в пробирку, тщательно смыв остатки раствора из колбы Кьельдаля дистиллированной водой в пробирку (8 мл). Полноту вымывания проверяют по универсальной бумажке (pH ~ 6-7). Отбирают от 1 до 8 мл (в зависимости от содержания вещества) раствора в колориметрическую пробирку, добавляют недостающий до 8 мл объем, приливают

I,0 мл раствора молибдата аммония и 0,6 мл сульфата гидразина. Пробирки встряхивают и помещают на 5 минут в кипящую водяную баню. После охлаждения фотометрируют в кюветах с толщиной слоя I см при длине волны 630 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам. Содержание ДБФФ в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице 9.

Таблица 9

Шкала стандартов

Номер стандартов	I	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор фосфорнокислого калия, однозамещенного № 2, мл	0	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7
Вода, мл	8	7,8	7,7	7,6	7,5	7,4	7,3
Содержание фосфора, мкг	0	2	3	4	5	6	7

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам. Стандартная шкала устойчива 7 суток. Концентрацию ДБФФ в мг/м^3 воздуха(X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{\mathcal{G} \cdot V_1 \cdot K}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

$\mathcal{G}$ – количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг

V_1 – общий объем пробы, мл

K – коэффициент пересчета фосфора на ДБФФ = 9,2

V – объем пробы, взятый для анализа, мл

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

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V'_{20} = \frac{V_t \, (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^\circ) \cdot 101{,}33}, \text{ где}$$

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, $^\circ C$

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 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
0	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1699	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122	1,2185
6	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925	1,1986
2	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735	1,1795
8	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551	1,1611
4	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373	1,1432
0	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200	1,1258
	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032	1,1089
	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869	1,0925
	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789	1,0846
	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712	1,0767
	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557	1,0612
0	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407	1,0462
1	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0021	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263	1,0316
3	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122	1,0175
0	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053	1,0105
2	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	1,0036
1	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917	0,9968
5	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851	0,9902
5	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
0	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772

I	2	3	4	5	6	7	8	9	I0	II	I2
+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