

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Измерение концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Сборник методических указаний
МУК 4.1.1575—4.1.1614—03

Выпуск 38

МУК 4.1.1602-03

УТВЕРЖДАЮ
 Первый заместитель Министра
 здравоохранения Российской Федерации
 Главный государственный санитарный врач
 Российской Федерации.

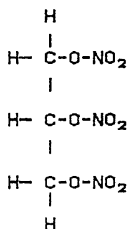
29 июля Г.Г. ОНИЩЕНКО
 МУК 4.1.1602-03 2003 г.

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ, ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по спектрофотометрическому измерению концентраций
 Пропан -1,2,3- триола тринитрата (нитроглицерина)
 в воздухе рабочей зоны


 $\text{C}_3\text{H}_5\text{N}_3\text{O}_9$

М.м .227,10

Нитроглицерин. Бесцветная или светло-желтая маслянистая жидкость без запаха, сладковатого вкуса. Плотность 1,6 при 15°C. Температура кипения 160°C при 15 мм.рт.ст., температура плавления 13,2°C. Летучесть нитроглицерина при 20°C составляет 0,232 мг/л или 232 мг/м³. При низких температурах затвердевает, может образовывать кристаллы. В 100 мл воды при 20°C растворяется 0,18 г нитроглицерина, в 100 мл абсолютного спирта - 54 г при 20°C.

Концентрированные растворы щелочей разлагают нитроглицерин с образованием глицерина и азотнокислой соли. При действии спиртовой щелочи получаются соли азотной и азотистой кислот. Хранение по списку Б, герметично, в сухом прохладном, защищенном от света месте, вдали от огня.

В воздухе находится в виде паров.

Нитроглицерин действует на центральную нервную систему. Вызывает расширение кровеносных сосудов. Раздражает кожу.

ПДК в воздухе 0,02 мг/м³. "+" "0" I класс опасности.

Характеристика метода

Метод определения основан на гидролизе нитроглицерина в спиртовом растворе гидроокиси натрия с образованием нитрит-ионов и с последующим их спектрофотометрическим определением с реактивом Грисса - Илосвая. Измерение производят при длине волны 526 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием в 95 % этиловый спирт.

Нижний предел измерения содержания нитроглицерина в анализируемом объеме пробы 1,0 мкг.

Нижний предел измерения ^{концентрации} вещества в воздухе 0,0095 мг/м³.
(при отборе 105 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 0,0095 до 0,285 мг/м³.

Суммарная погрешность не превышает $\pm 16,6\%$

Определению не мешают ионы нитратов, окислы азота, азотная кислота.

Время проведения измерения 4 часа 30 минут.

Приборы, аппаратура, посуда

Спектрофотометр Specord M-40, Carl Zeiss

Аспирационное устройство, модель 822, ТУ 64-I-862-72.

Колбы мерные, вместимостью 25, 50, 100 мл., ГОСТ 1770-74 Е.

Колбы грушевидные, вместимостью 50 мл, ГОСТ 23932-90.

Пипетки, вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл., ГОСТ 29227-91.

Пробирки колориметрические, вместимостью 10 мл., ГОСТ 25336-82 Е

Цилиндры мерные, вместимостью 25 мл., ГОСТ 1770-74 Е.

Поглотительные приборы Рыхтера 7Р, ТУ-25-II-1081-75.

Стаканы химические, вместимостью 50 мл., ГОСТ 19908-85.

Весы лабораторные аналитические ВЛА-200, ГОСТ 24104-88Е.

Воронки химические диаметром 30 мм, ГОСТ 25336 - 82 Е.

Баня водяная лабораторная, ТУ 64-1-2850-76.

Секундомер, ГОСТ 5072-97.

Термометр лабораторный стеклянный от 0° до +100°С.,

ГОСТ 16590-71.

Реактивы, растворы, материалы

Нитроглицерин 1% раствор, Государственная Фармакопея X-изд.625

Спирт этиловый 95 % , ГОСТ 5963-67.

Натрия гидроксид, х.ч., ГОСТ 4328-77, 15% раствор.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

Кислота серная , х.ч. ГОСТ 4204-77, 20% раствор.

Кислота уксусная ледяная , ГОСТ 61-75, 10% раствор.

Кислота сульфаниловая, х.ч., ГОСТ 5821-78. Раствор сульфаниловой кислоты. Готовят растворением 0,5 г. сульфаниловой кислоты в 150 мл 10% раствора ледяной уксусной кислоты.

I-Нафтиламин, ч.д.а. ГОСТ 8827-74. 0,1 г I-нафтиламина нагревают с 20 мл дистиллированной воды на кипящей водяной бане до образования на дне лиловой капли. Бесцветный раствор декантируют и доводят до 150 мл 10% раствором ледяной уксусной кислоты.

Реактив Грисса-Илосвая. Перед употреблением смешивают равные объемы растворов сульфаниловой кислоты и I- нафтиламина.

Растворы сульфаниловой кислоты и I- нафтиламина хранят в темных склянках: они пригодны к употреблению, пока не приобретут бурю окраску.

Все реактивы и дистиллированная вода не должны давать положительной реакции на ион нитрита.

Основной стандартный раствор нитроглицерина с концентрацией 400 мкг/мл: 1г (точная навеска) 1% раствора нитроглицерина помещают в мерную колбу вместимостью 25 мл и доводят объем раствора 95% этанолом до метки. Раствор устойчив в течение месяца при хранении в склянке оранжевого стекла в холодильнике.

Стандартный раствор № 1 с ^{концентрацией} нитроглицерина 50 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением основного стандартного раствора 95% этанолом. Раствор применяют свежеприготовленным.

Стандартный раствор № 2 с ^{концентрацией} нитроглицерина 5 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 95% этанолом. Раствор применяют свежеприготовленным.

Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 7 л/мин аспирируют через два поглотительных прибора Рыхтера 7Р, содержащих по 10 мл 95% этанола при охлаждении (лед с солью). Для определения 1/2 ПДК следует отобрать 105 л воздуха. Пробы хранят в течение суток в сухом, защищенном от света месте, вдали от огня.

Подготовка к измерению

Градуировочные растворы (устойчивы в течение часа) готовят согласно таблице:

Таблица

Шкала градуировочных растворов

№ стандарта	Стандартный раствор № 1 мл.	Стандартный раствор № 2 мл.	95% этанол мл.	Содержание нитроглицерина в градуировочном растворе мкг.
1	0,00	0,00	20,00	0,0
2	0,00	0,20	19,80	1,0
3	0,00	0,40	19,60	2,0
4	0,00	1,00	19,00	5,0
5	0,20	0,00	19,80	10,0
6	0,40	0,00	19,60	20,0
7	0,60	0,00	19,40	30,0

Градуировочные растворы готовят в грушевидных колбах, вместимостью 50 мл. Колбу помещают на водяную баню нагретую до $\approx 50^{\circ}\text{C}$ на 3 минуты (не больше). Затем прибавляют 0,1 мл 15 % раствора гидроокиси и выпаривают досуха на кипящей водяной бане.

Сухой остаток в колбе растворяют в 4 мл дистиллированной воды. Затем добавляют 0,1 мл 20 % раствора серной кислоты и 1 мл реактива Грисса - Илосвая. После прибавления каждого реактива раствор перемешивают.

Через 30 минут измеряют оптическую плотность полученных растворов при длине волны 526 нм. Измерения проводят в кюветках с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к контрольному раствору не содержащему определяемого вещества (раствор № I по таблице).

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс-соответствующие им величины содержания вещества в градуировочном растворе (мкг.)

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

Проведение измерений

Содержимое поглощительных приборов переносят в цилиндр вместимостью 25 мл, доводят объем раствора до 20 мл 95% этанолом. Затем полученный раствор переносят в грушевидную колбу, вместимостью 50 мл. Раствор обрабатывают аналогично градуировочным растворам. Оптическую плотность получаемых анализируемых растворов измеряют в кювете с толщиной поглощающего слоя 10 мм при длине волны 526 нм по отношению к контрольному раствору , который готовят одновременно и аналогично пробам.

Количественное определение содержания нитроглицерина в (мкг) в анализируемой пробе проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

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

$$C = \frac{a}{V}, \text{ где}$$

- а - содержание вещества, найденное в анализируемом объеме раствора по градуировочному графику, мкг;
- V - объем воздуха отобраный для анализа (л) и приведенный к стандартным условиям (Приложение I).

ММК 4.1.

Приложение I

Приведение объёма воздуха к стандартным условиям (температура 20°C и давление 760 мм рт.ст.) проводят по формуле:

$$V_{20} = \frac{V_z \cdot (273 + 20) \cdot P}{(273 + z) \cdot 101,33}, \text{ где}$$

V_z - объём воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, кПа (101,33 кПа=760 мм рт.ст.);

z - температура воздуха в месте отбора пробы, °C.

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

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°C	Давление P, кПа/мм рт.ст.									
	97,33/ 730	97,66/ 734	98,4/ 738	98,95/ 742	99,46/ 746	100/ 750	100,53/ 754	101,06/ 758	101,33/ 760	101,66/ 764
-30	1,1562	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
-22	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	1,1460	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	1,0936	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	1,0535	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	1,0067	1,0123	1,0179	1,0233	1,0289	1,0343	1,0400	1,0455	1,0483	1,0537
+10	0,9944	0,9999	0,0054	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	1,0126	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9723	0,9776	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9600	0,9652	0,9711	0,9763	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	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471