

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.

Г.Г. ОНИЩЕНКО  
2003г.

MYK 41 1602-03

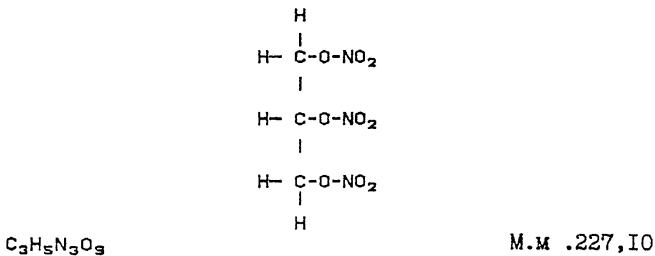
Пата введения с момен

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



Нитроглицерин. Бесцветная или светло-желтая маслянистая жидкость без запаха, сладковатого вкуса. Плотность 1,6 при 15°С. Температура кипения 160°С при 15 мм.рт.ст., температура плавления 13,2°С. Летучесть нитроглицерина при 20°С составляет 0,232 мг/л или 232 мг/м<sup>3</sup>. При низких температурах затвердевает, может образовывать кристаллы. В 100 мл воды при 20°С растворяется 0,18 г нитроглицерина, в 100 мл абсолютного спирта - 54 г при 20°С.

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/м<sup>3</sup>. "+" "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 реагентом 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 <sup>концентрации</sup> вещества в воздухе 0,0095 мг/м<sup>3</sup>. ( при отборе 105 л воздуха ).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 0,0095 до 0,285 мг/м<sup>3</sup>.

Суммарная погрешность не превышает ± 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 Zess

Аспирационное устройство, модель 822, ТУ 64-1-862-72.

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 24104-88 Е.

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 гидроокись, 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 бурую 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 помешают 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 <sup>концентрации</sup><sub>γ</sub> нитроглицерина 50 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением основного стандартного раствора 95% этианолом. Раствор применяют свежеприготовленным.

Стандартный раствор № 2 с <sup>концентрации</sup><sub>γ</sub> нитроглицерина 5 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 95% этианолом. 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% этианола 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

N стандарта	Стандартный раствор № 1	Стандартный раствор № 2	95% этанол	Содержание нитроглицерина в градуировочном растворе
	мл.	мл.	мл.	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 водянную 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 - Илосвайя. После прибавления каждого реактива раствор перемешивают.

Через 30 минут измеряют оптическую плотность полученных растворов при длине волны 526 нм. Измерения проводят в кюветах 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 реагентов.

#### Проведение измерения

Содержимое поглотительных приборов переносят в цилиндр вместимостью 25 мл, доводят объем раствора до 20 мл 95% этиловым спиртом. 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<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a}{v} , \text{ где}$$

a - содержание вещества, найденное в анализируемом объеме раствора по градуировочному графику, мкг;

v - объем воздуха отобранный для анализа ( л ) и приведенный к стандартным условиям ( Приложение I ).

## МУК 4.1.

## Приложение I

Приведение объёма воздуха к стандартным условиям (температура 20°С 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, °С.

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 Р, кг/м² рт.ст.									
	97,33/ 730	97,66/ 734	98,4/ 738	98,33/ 742	99,46/ 746	100/ 750	100,53/ 754	101,06/ 758	101,33/ 760	101,86/ 764
-30	I,1582	I,1646	I,1709	I,1772	I,1836	I,1899	I,1963	I,2026	I,2086	I,2122
-26	I,1393	I,1456	I,1519	I,1581	I,1644	I,1705	I,1768	I,1831	I,1882	I,1925
-22	I,1212	I,1274	I,1336	I,1396	I,1456	I,1519	I,1581	I,1643	I,1673	I,1735
-18	I,1036	I,1097	I,1158	I,1216	I,1278	I,1338	I,1399	I,1460	I,1490	I,1551
-14	I,0866	I,0926	I,0986	I,1045	I,1103	I,1164	I,1224	I,1284	I,1313	I,1373
-10	I,0701	I,0760	I,0819	I,0877	I,0936	I,0994	I,1053	I,1112	I,1141	I,1200
-6	I,0540	I,0599	I,0657	I,0714	I,0772	I,0829	I,0887	I,0945	I,0974	I,1032
-2	I,0385	I,0442	I,0499	I,0556	I,0613	I,0669	I,0726	I,0784	I,0812	I,0869
0	I,0309	I,0366	I,0423	I,0477	I,0535	I,0591	I,0648	I,0705	I,0733	I,0789
+2	I,0234	I,0291	I,0347	I,0402	I,0459	I,0514	I,0571	I,0627	I,0655	I,0712
+6	I,0067	I,0143	I,0198	I,0253	I,0309	I,0363	I,0419	I,0475	I,0502	I,0557
+10	0,9944	0,9999	0,0054	I,0103	I,0162	I,0216	I,0272	I,0326	I,0353	I,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	I,0027	I,0074	I,0126	I,0183	I,0209	I,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9776	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	I,0043	I,0069	I,0122
+20	0,9603	0,9638	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	I,0000	I,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	0,9831
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9603	0,9657	0,9706	0,9734	0,9765
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9643	0,9670	0,9723
+34	0,9167	0,9218	0,9266	0,9318	0,9366	0,9416	0,9466	0,9519	0,9544	0,9593
+36	0,9049	0,9099	0,9149	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471