

Фотометрическое измерение концентраций люминофора КО-620 в воздухе рабочей зоны

Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Фотометрическое измерение концентраций люминофора КО-620 в воздухе рабочей зоны

МУК 4.1.0.375-96

Минздрав России

Москва - 1999

1. Методические указания разработаны с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочно безопасным уровням воздействия (ОБУВ) - санитарно-гигиеническим нормативам и являются обязательными при осуществлении санитарного контроля.

2. Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 32) утверждены и. о. Председателя Госкомсанэпиднадзора России - заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации 8 июня 1996 г.

3. Введены впервые.

4. Включенные в данный выпуск методики контроля разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТа 12.1.005-88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТа 12.1.016-79 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ», ГОСТа Р 1.5-92 п. 7.3, ГОСТа 8.101-90 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений». Методические указания одобрены комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Госкомсанэпиднадзора России и Проблемной комиссией «Научные основы гигиены труда и профпатологии».

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 32) предназначены для центров Госсанэпиднадзора, санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также заинтересованных министерств и ведомств.

Ответственный исполнитель: Г.А. Дьякова

Исполнители: Г.А. Дьякова, Л.Г. Макеева, Е.М. Малинина, С.М. Попова, Н.С. Горячев, М.И. Аржанова, Т.В. Рязанцева, Е.Н. Грицун.

УТВЕРЖДЕНО

И. о. Председателя Госкомсанэпиднадзора
России - заместителем Главного
государственного санитарного врача
Российской Федерации

Г.Г. Онищенко

8 июня 1996 г.

МУК 4.1.0.375-96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Фотометрическое измерение концентраций люминофора КО-620 в воздухе рабочей зоны

$Gd_3Al_5O_{12}$: Ce, Sm

М. м. 798,65

Люминофор КО-620 представляет собой алюмогадолиниевый гранат, активированный церием и самарием (по 0,1 %). Это желтоватый мелкодисперсный порошок, не растворимый в неорганических кислотах, щелочах, воде, царской водке.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Обладает слабовыраженным общетоксическим действием. Наибольшую опасность представляет при попадании в организм через дыхательные пути, вызывая фиброгенное и выраженное бронхогенное действие.

ПДК в воздухе - 4 мг/м³.

Характеристика метода

Метод основан на образовании окрашенного комплекса гадолиния с арсеназо - III при pH 3,0 с последующим фотометрическим измерением окрашенного комплекса при длине волны 655 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения содержания гадолиния в анализируемом объеме - 5 мкг.

Нижний предел измерения концентрации люминофора в воздухе - 2 мг/м³ (при отборе 42 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 2 до 16 мг/м³.

Определению не мешают: натрий, бор.

Мешающее влияние железа устраняется действием аскорбиновой кислоты, алюминия - добавлением сульфосалициловой кислоты.

Суммарная погрешность измерения не превышает $\pm 25\%$.

Время выполнения измерения, включая отбор проб - около 2 ч.

Приборы, аппаратура, посуда

Спектрофотометр

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Тигли платиновые

Муфельная печь

Колбы мерные, вместимостью 1000, 500, 100, 50, 25 мл ГОСТ 1770-74

Пипетки, вместимостью 1, 2, 5, 10 мл ГОСТ 20292-74

Реактивы, растворы, материалы

Гадолиния окись ГОСТ 48-200-81

Кислота соляная, х. ч., 1 н, раствор 1 : 1 ГОСТ 3118-77

Кислота аскорбиновая, 1 %-ный раствор

свежеприготовленный ГОСТ 4815-76

Кислота сульфосалициловая, ч. д. а., 1 %-ный

раствор ГОСТ 4478-68

Натрий углекислый, х. ч. ГОСТ 83-79

Натрий тетраборнокислый, х. ч. ГОСТ 4199-76

Смесь для сплавления: натрий углекислый и
натрий тетраборнокислый в соотношении 3 : 2

Гликокол (глицин, аминокусная кислота), х. ч.,

1 н раствор ГОСТ 5860-75

Буферный раствор с pH 3,0 готовят, смешивая 179 мл 1 н раствора соляной кислоты и 821 мл 1 н раствора гликоля.

Арсеназо - III, ч., 1 %-ный раствор свежеприготовленный ТУ 6-09-05-567-76

Стандартный раствор № 1 с концентрацией 1 мг/мл гадолиния. Растворяют 1,1526 г предварительно прокаленной окиси гадолиния в 20 мл горячей соляной кислоты (1 : 1) и доводят объем до метки водой в мерной колбе, вместимостью 1 л. Раствор годен в течение года.

Стандартный раствор № 2, содержащий 10 мкг/мл гадолиния, готовят разбавлением раствора № 1 водой в 100 раз.

Стандартный раствор № 3, содержащий 1 мкг/мл гадолиния, готовят разбавлением раствора № 2 водой в 10 раз.

Стандартные растворы № 2 и № 3 готовят в день проведения анализа.

Фильтры АФА-ВП-10 ТУ 95-7181-76

Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 6 л/мин аспирируют через фильтр, помещенный в фильтродержатель. Для измерения 1/2 ПДК достаточно отобрать 42 л воздуха. Срок хранения в эксикаторе отобранных на фильтр проб неограничен.

Подготовка к измерению

Градуировочные растворы (используют свежеприготовленными) готовят согласно таблице в мерных колбах, вместимостью 25 мл.

Таблица

Шкала градуировочных растворов

Номер стандарта	Стандартный раствор № 3, м л	Стандартный раствор № 2, м л	Вода, мл	Содержание гадолиния, мкг
1	-	-	10,0	0
2	5	-	5,0	5
3	-	1,0	9,0	10
4	-	1,5	8,5	15
5	-	2,0	8,0	20
6	-	2,5	7,5	25

7	-	3,0	7,0	30
8	-	4,0	6,0	40

Во все градуировочные растворы добавляют 15 мл буферного раствора и перемешивают. К полученным растворам приливают по 0,5 мл 1 %-ного раствора аскорбиновой кислоты, 0,5 мл 1 %-ного раствора сульфасалициловой кислоты и 1 мл 1 %-ного раствора арсената - III. Оптическую плотность градуировочных растворов измеряют при $\lambda = 655$ нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 3 см по отношению к раствору сравнения, не содержащему гадолиния (стандарт № 1 по табл.).

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

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

Проведение измерения

Фильтр с пробой осторожно складывают, помещают в платиновый тигель и озолотят на воздухе, засыпают 0,5 г смеси для сплавления и сплавляют в муфельной печи при 900 °С в течение 1 ч. Остывший сплав растворяют при нагревании в 5 мл соляной кислоты (1 : 1). Полученный раствор переносят в мерную колбу, вместимостью 50 мл. Тигель тщательно обмывают водой и промывные воды сливают в ту же колбу. Объем доводят водой до метки, перемешивают.

В мерную колбу, вместимостью 25 мл отбирают аликвоту 5 мл, добавляют 5 мл воды и далее обрабатывают аналогично градуировочным растворам. Оптическую плотность полученного анализируемого раствора пробы измеряют аналогично градуировочным растворам по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробе.

Количественное определение содержания гадолиния, в мкг, во взятой аликвоте проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

Концентрацию пыли люминофора КО-620 (C) в воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot e \cdot K}{b \cdot V}, \text{ где}$$

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

b - объем раствора пробы, взятой для анализа, мл;

e - общий объем раствора пробы, мл;

V - объем воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям, л (см. приложение 1);

K - коэффициент пересчета гадолиния на люминофор КО-620, равный 1,69.

Методические указания разработаны Ставропольским мединститутом.

Приложение 1

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

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

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, °С.

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

Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°С	Давление P, кПа/мм рт. ст.									
	97,33/730	97,86/734	98,4/738	98,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,33/760	101,86/764
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2038	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	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	1,0054	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	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	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	0,9432	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

Приложение 3

Вещества, определяемые по ранее утвержденным методическим указаниям по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Определяемое вещество	Ссылка на источник
Аммония полифосфат	Методические указания на фотометрическое определение аммиака в воздухе, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 58
Алюминия сульфат	Методические указания на фотометрическое определение алюминия, окиси алюминия и алюмоникелевого катализатора в воздухе, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 3
2,5-бифенилилендиацетат	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
Виндидат	Методические указания по измерению концентраций сульфата калия, калийной магнезии и хлорида калия в воздухе рабочей зоны методом пламенной фотометрии, в. 22. - М., 1988. - С. 182
Диэтилентриамин	Методические указания по фотометрическому измерению концентраций третичных жирных аминов и аминокспиртов в воздухе рабочей зоны, в. 19. - М., 1984. - С. 137
Дубитель хромовый	Методические указания на фотометрическое определение окиси хрома в воздухе рабочей зоны, в. 14. - М., 1979. - С. 108
Дуниты	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
Кобазол	Методические указания по фотометрическому определению кобальта, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 14
Кремния карбид	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
Полибутилентерепфталат	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
Полимер кубовых остатков ректификации стирола (термополимер «КОРС»)	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
В-фенилэтиламидхлоруксусная кислота (контроль по бензолу)	Методические указания по газохроматографическому измерению ацетона, дихлорметана, дихлорэтана, трихлорэтилена, бензола в воздухе рабочей зоны, в. 9. - М., 1986. - С. 23
Фториды редкоземельных металлов	Методические указания по ионометрическому измерению концентраций солей фтористоводородной кислоты, в. 21. - М., 1986. - С. 269
Хлопковая мука	Методические указания по фотометрическому определению БВК в воздухе рабочей зоны, в. 18. - М., 1983. - С. 139
Целлюлоза микрокристаллическая	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235

Приложение 4

Рис. 1

Ловушка-концентратор. Общий вид

Рис. 2

Ловушка-концентратор