

Спектрофотометрическое измерение концентраций 2-бром-2-нитропропандиола-1,3 (бронитрола) в воздухе рабочей зоны

Государственное санитарно-эпидемиологическое нормирование Российской Федерации

УТВЕРЖДЕНО

Председатель Госкомсанэпиднадзора России
Главный государственный санитарный врач
Российской Федерации

Е.Н. Беляев

8 июня 1996 г.

МУК 4.1.0.413-96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Спектрофотометрическое измерение концентраций 2-бром-2-нитропропандиола-1,3 (бронитрола) в воздухе рабочей зоны

М. м. 199,9

2-бром-2-нитропропандиола-1,3 (бронитрол) представляет собой белый кристаллический порошок. Т_{пл.} - 130 - 132 °С. Хорошо растворим в хлороформе, растворяется в воде, изопропиловом спирте, бензоле, ацетоне и других органических растворителях. В щелочной среде разлагается.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Бронитрол относится к III классу умеренно опасных веществ. Не кумулирует, не обладает кожно-резорбтивным и сенсibiliзирующим действием. Раздражающее действие выраженное, специфическое при всех путях воздействия.

ПДК в воздухе - 3 мг/м³.

Характеристика метода

Метод основан на щелочном омылении бронитрола и последующем спектрофотометрическом измерении оптической плотности продукта реакции при длине волны 230 нм.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме пробы - 10 мкг. Нижний предел измерения в воздухе - 0,4 мг/м³ (при отборе 50 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций - от 0,4 до 4 мг/м³.

Измерению не мешают бром, нитрометан, изопропиловый спирт, толуол.

Суммарная погрешность измерения не превышает ± 25 %. Время выполнения измерения, включая отбор проб, - 1 ч.

Приборы, аппаратура, посуда

Спектрофотометр

Аспирационное устройство

Фильтродержатель

ТУ 95.72.05-77

Стаканы химические, вместимостью 50 мл

ГОСТ 25336-72

Колбы конические, вместимостью 100 мл

ГОСТ 10394-72

Колбы мерные, вместимостью 25, 100 мл

ГОСТ 1770-74

Весы технические

Весы аналитические

Пробирки с шлифованными пробками,

вместимостью 20 мл

ГОСТ 1770-74E

Цилиндры мерные, вместимостью 100 мл

ГОСТ 1770-74

Пипетки, вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл

ГОСТ 20292-74

Палочки стеклянные

Реактивы, растворы, материалы

2-бром-2-нитропропандиола-1,3 (бронитрол)

с содержанием основного вещества 98 %

Натрия гидроокись, ч. д. а. 10 % раствор

ГОСТ 4328-66

Фильтры АФА-ВГ-20

ТУ 95-7186-76

Стандартный раствор бронитрола № 1, содержащий 1 мг/мл, готовят растворением 0,1 г вещества в дистиллированной воде в мерной колбе, вместимостью 100 мл.

Стандартный раствор № 2 с концентрацией 100 мкг/мл готовят разведением раствора № 1 дистиллированной водой в 10 раз.

Растворы устойчивы в течение недели.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 10 л/мин аспирируют через фильтр типа АФА-ВГ-20, помещенный в фильтродержатель. Для измерения 1/2 ПДК бронитрола следует отобрать 15 л воздуха. Срок хранения отобранных проб - 6 суток в бюксах.

Подготовка к измерению

Для построения градуировочного графика готовят градуировочные растворы (устойчивы 6 ч) согласно таблице:

Таблица

Шкала градуировочных растворов

№ стандарта	Стандартный р-р № 2, мл	Дистиллированная вода, мл	Содержание бронитрола, мкг
1	0,0	5,0	0
2	0,1	4,9	10
3	0,2	4,8	20
4	0,4	4,6	40
5	0,6	4,4	60
6	0,8	4,2	80
7	1,0	4,0	100

Во все градуировочные растворы прибавляют по 1 мл 10 %-ного раствора гидроокиси натрия, тщательно перемешивают и оставляют на 10 мин, затем измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре при длине волны 230 нм.

Измерения проводят в кюветках с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему бронитрола.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на ось ординат значения плотностей растворов, на ось абсцисс - соответствующие им величины содержания бронитрола в градуировочных растворах (мкг).

Проверка градуировочного графика проводится в случае использования новой партии реактивов, но не реже 1 раза в квартал.

Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в стакан и 2 раза обрабатывают по 5 мл дистиллированной водой в течение 10 мин. Объединенные растворы сливают в пробирку с пришлифованной пробкой.

Степень десорбции бронитрола составляет 98 %.

Для анализа берут 5 мл раствора, добавляют 1 мл раствора гидроокиси натрия и оставляют на 10 мин. Оптическую плотность анализируемого раствора пробы измеряют аналогично градуировочным растворам, применяя в качестве раствора сравнения водный экстракт фильтра, приготовленный аналогично пробам.

Количественное определение содержания вещества проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

Концентрацию бронитрола (С) в воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

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

a - количество бронитрола, найденное по градуировочному графику, мкг;

e - общий объем пробы, мл;

b - объем пробы, взятой для анализа, мл;

V - объем исследуемого воздуха, приведенного к нормальным условиям, л (см. приложение 1).

Методические указания разработаны НИИСДВ.

Приложение 1

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

проводят по формуле

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

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

Давление P, кПа/мм рт. ст.										
°С	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	1,2058	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	1,0087	1,0143	0,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+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	1,0128	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	0,9783	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	1,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	1,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	1,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	1,9785
+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

Рис. 1

Ловушка-концентратор.

Общий вид.

Рис. 2

Ловушка-концентратор.

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным методическим указаниям

Название вещества	Методические указания
1. Аммоний винно-кислый кислый	Методические указания на фотометрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1 - 5. - М., 1981. - 58 с.
Аммоний винно-кислый	К = 9,82 Методические указания на фотометрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1 - 5. - М., 1981 - 58 с.
2. Калий винно-кислый	К = 5,41 Методические указания по измерению концентраций сульфата калия, калийной магнезии и хлорида калия в воздухе рабочей зоны: Сб. МУ, в. 22. - М., 1988 - 182 с.
Калий виннокислый кислый	
3. Калий сурьмоксид винно-кислый	К = 2,9 и 4,82 Методические указания по полярографическому измерению концентраций сурьмы в воздухе рабочей зоны: Сб. МУ, в. 8. - М., 1983. - 90 с.
4. Натрий винно-кислый кислый	К = 2,66 Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986 - 135с.
Натрий винно-кислый	К = 7,48 Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986 - 135 с.
Калий-натрий винно-кислый	К = 4,22 Методические указания по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии: Сб. МУ, в. 21. - М., 1986. - 135 с.
5. Полиметилмочевина	К = 3,39 Методические указания по гравиметрическому определению пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М., 1981. - 235 с.
6. Трифторметансульфофторид (фторангидрид трифторметан сульфокислоты)	Методические указания на фотометрическое определение фторорганических соединений: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М. 1981. - 187 с.
7. Хлоргидрат изоникотиновой кислоты	К = 2 Методические указания на фотометрическое определение диэтиламина в воздухе: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М., 1981. - 123 с. Отбор проб на фильтр со скоростью 2 л/мин.