

## Фотометрическое измерение концентраций иодпирона 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 4.1.0.431-96

Дата введения: с момента утверждения

#### 4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

## Фотометрическое измерение концентраций иодпирона в воздухе рабочей зоны

М. м. 10500 - 14000

Иодпирон - (смесь поливинилпирролидона с йодом и йодистым калием) - аморфный порошок светло-коричневого цвета, без запаха.

Хорошо растворим в воде, метиловом и этиловом спиртах. Не растворим в эфире. Не плавится. Разлагается при температуре свыше 110 °С.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Обладает общетоксическим действием.

ПДК в воздухе - 3 мг/м<sup>3</sup>.

#### Характеристика метода

Метод основан на образовании в водной среде при температуре 0 °С специфического, окрашенного в синий цвет, комплекса йода с крахмалом, содержание которого определяют спектрофотометрически при длине волны 600 нм.

Отбор проб производится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения иодпирона в анализируемом объеме пробы - 200 мкг.

Нижний предел измерения иодпирона в воздухе - 1 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 130 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций иодпирона в воздухе - от 1,5 до 7 мг/м<sup>3</sup>.

Определению мешает присутствие углеводов и их производных.

Суммарная погрешность измерения не превышает ± 20 %.

Время выполнения измерения, включая отбор пробы, - около 60 мин.

#### Приборы, аппаратура, посуда

Спектрофотометр СФ-16 или

другие модели того же класса

Электроаспиратор

Фильтродержатель

ТУ 95.72.05-77

Колбы мерные, вместимостью 100 мл

ГОСТ 1770-74

Пипетки, вместимостью 2 и 10 мл

ГОСТ 20292-74

Пробирки с пришлифованными

пробками, вместимостью 10 мл

ГОСТ 10515-75

#### Реактивы, растворы, материалы

Крахмал растворимый, 1 %-ный водный

раствор, свежеприготовленный

ГОСТ 10163-62

Основной стандартный раствор с концентрацией иодпирона 100 мкг/мл готовят растворением 0,01 г вещества в дистиллированной воде в мерной колбе, вместимостью 100 мл. Раствор устойчив при хранении в холодильнике в течение 2 суток.

Фильтры АФА-ВГ-10

ТУ 65-743-80

### Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 20 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВГ-10, помещенный в фильтродержатель. Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 130 л воздуха.

Пробы можно хранить в закрытых сосудах в течение месяца.

### Подготовка к измерению

Градуировочные растворы готовят согласно таблице.

Таблица

### Шкала градуировочных растворов

№ стандарта	Стандартный р-р, мл	Дистиллированная вода, мл	1 %-ный раствор крахмала, мл	Концентрация вещества в градуировочном р-ре, мкг/мл
1	2	7,5	0,5	20
2	4	5,5	0,5	40
3	5	4,5	0,5	50
4	6	3,5	0,5	60
5	8	1,5	0,5	80
6	9	0,5	0,5	90

9,5 мл каждого разбавленного стандартного раствора, полученного согласно таблице, помещают в отдельную пробирку с пришлифованной пробкой. Содержимое пробирок охлаждают 15 мин в бане с ледяной водой, добавляют 0,5 мл свежеприготовленного 1 %-ного водного раствора крахмала и энергично перемешивают. Реакционную смесь выдерживают в течение 15 мин при температуре 0 °С.

Полученные окрашенные растворы комплекса иод-крахмал устойчивы при температуре 0 °С в течение 30 мин с момента прибавления крахмала.

Измеряют оптическое поглощение полученных растворов при длине волны 600 нм. Измерения проводят в кюветках с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества.

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей полученных растворов, на ось абсцисс - соответствующие им концентрации вещества в градуировочном растворе (мкг/мл).

Построение градуировочных графиков необходимо проводить не менее чем по 6 точкам.

Проверку градуировочных графиков следует проводить при изменении условий анализа, но не реже 1 раза в месяц.

### Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в пробирку с пришлифованной пробкой, добавляют 10 мл дистиллированной воды и оставляют на 15 мин при комнатной температуре и периодическом перемешивании. Степень десорбции с фильтра - 98 %.

9,5 мл полученного раствора помещают в пробирку с пришлифованной пробкой. Содержимое пробирки охлаждают 15 мин в бане с ледяной водой, добавляют 0,5 мл свежеприготовленного 1 %-ного водного раствора крахмала и энергично перемешивают. Реакционную смесь выдерживают в течение 15 мин при температуре 0 °С.

Измеряют оптическое поглощение полученного раствора при длине волны 600 нм. Измерение проводят в кюветках с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества.

Спектрофотометрирование полученного раствора проводят в тех же условиях и по отношению к тому же раствору сравнения, что и при построении градуировочного графика.

Количественное определение содержания иодпирона в анализируемом объеме проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

### Расчет концентрации

Концентрацию иодпирона (С) в воздухе (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

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

а - концентрация иодпирона в анализируемом объеме пробы, найденная по градуировочному графику, мкг/мл;

v - общий объем анализируемого раствора, мл;

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

Методические указания разработаны НИО «Экотокс», г. Москва.

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.