

**Спектрометрическое измерение концентраций аспаркама 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 4.1.0.410-96

Дата введения: с момента утверждения

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Спектрометрическое измерение концентраций аспаркама в воздухе рабочей зоны**

Магния аспарагинат

М. м. 360,59

Калия аспарагинат

М. м. 189,31

Аспаркам - смесь солей магния и калия аспарагиновой кислоты в равных процентах, бесцветный мелкокристаллический порошок без запаха.

Легко растворим в воде, практически не растворим в спирте и ацетоне.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Малотоксичен, не вызывает раздражения тканей.

ОБУВ в воздухе - 5 мг/м<sup>3</sup>.

**Характеристика метода**

Метод основан на реакции аспаркама с п-нитрофенилдиазонием и последующим фотометрическим измерением окрашенного продукта при 490 нм.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения аспаркама в анализируемом объеме раствора - 5 мкг.

Нижний предел измерения аспаркама в воздухе - 2,5 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 15 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций - от 2,5 до 30 мг/м<sup>3</sup>.

Определению не мешают гидроксид калия, оксид магния, тальк, крахмал, стеарат кальция, твин-80.

Суммарная погрешность измерения не превышает ± 20 %. Время выполнения измерения, включая отбор проб, - 2,5 ч.

**Приборы, аппаратура, посуда**

Спектрофотометр ОФ-46

Аспирационное устройство

Фильтры АФА-ХА-20

Фильтродержатели

Пробирки, вместимостью 10 мл

ГОСТ 10515-75

Пипетки, вместимостью 1, 2 и 5 мл

ГОСТ 20292-74

Колба мерная, вместимостью 100 мл	ГОСТ 1770-74		
Воронки стеклянные	ГОСТ 8613-76		
Секундомер	ГОСТ 6072-79		
<b>Реактивы, растворы, материалы</b>			
Аспаркам фармакопейный			
Соляная кислота, х. ч., 1 н раствор	ГОСТ 3118-77		
п-Нитроанилин, х. ч.	ТУ 6-09-258-70		
Натрий азотистокислый, х. ч. 1 %-ный раствор	ГОСТ 4197-74		
Едкий натр, х. ч. 20 %-ный раствор	ГОСТ 4228-66		
Бура, х. ч. ГОСТ 4199-66			
Фосфат калия однозамещенный, х. ч.	ГОСТ 4196-65		
<i>Буферный раствор.</i> В 80 мл дистиллированной воды растворяют 4,08 г однозамещенного фосфата калия и 1,6 г буры, добавляют 6,35 мл 20 %-ного раствора едкого натра и доводят водой до 100 мл.			
<i>п-Нитрофенилдиазоний</i> готовят следующим образом: к 20 мл предварительно охлажденного раствора п-нитроанилина добавляют 1 мл охлажденного 1 %-ного раствора нитрита натрия. Реактив следует хранить на льду.			
<i>Стандартный раствор аспаркама с концентрацией 100 мкг/мл</i> готовят растворением 0,01 г вещества в 100 мл горячей (90 °C) воды. Раствор устойчив в течение суток.			
<b>Отбор пробы воздуха</b>			
Воздух с объемным расходом 5 л/мин аспирируют через фильтр типа АФА-ХА-20.			
Для измерения 1/2 ОБУВ следует отобрать 15 л воздуха. Пробы могут храниться в течение дня.			
<b>Подготовка к измерению</b>			
Градуировочные растворы готовят согласно таблице.			
Все пробирки шкалы добавляют по 2 мл буферного раствора и по 0,5 мл раствора п-нитрофенилдиазония, взбалтывают и оставляют на 20 мин до образования желтой окраски. Затем приливают по 2 мл 20 %-ного раствора едкого натра, взбалтывают и через 15 мин измеряют оптическую плотность при длине волны 490 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 1 см по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества. Шкала градуировочных растворов устойчива в течение рабочего дня.			
Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс - соответствующие им значения концентрации аспаркама в градуировочных растворах (мкг).			
Таблица			
<b>Шкала градуировочных растворов для определения аспаркама</b>			
№ стандарта	Стандартный р-р № 1, мл	Дистиллированная вода, мл	Содержание аспаркама в градуировочном растворе, мкг
1	0	2	0
2	0,05	1,95	5
3	0,1	1,9	10
4	0,2	1,8	20
5	0,3	1,7	30
6	0,4	1,6	40
7	0,5	1,5	50
8	0,6	1,4	60

#### Проведение измерения

Фильтр с отобранный пробой помещают в развернутом виде в химическую воронку и смывают частями 15 мл горячей дистиллированной воды (90 °C) в пробирку. Для анализа отбирают 2 мл пробы и обрабатывают аналогично градуировочным раствором. Оптическую плотность полученного раствора измеряют по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Количественное определение содержания аспаркама (мкг) во взятой аликвоте проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

#### Расчет концентрации

Концентрацию аспаркама ( $C$ ) в воздухе ( $\text{мг}/\text{м}^3$ ) вычисляют по формуле:

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

$a$  - содержание аспаркама в анализируемом объеме пробы, найденное по градуировочному графику, мкг;

$e$  - общий объем раствора пробы, мл;

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

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

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

проводят по формуле

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

$V_t$  - 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.

**Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям**

°C	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	1,2058	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	1,0986	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	1,9989	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

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	Методические указания на фотометрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1 - 5. - М., 1981. - 58 с.
Аммоний винно-кислый	$K = 9,82$ Методические указания на фотометрическое определение аммиака: Сб. МУ в. 1 - 5. - М., 1981. - 58 с.
2. Калий винно-кислый	$K = 5,41$ 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 винно-кислый	
3. Калий сурьмоксид винно-кислый	$K = 2,9$ 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	$K = 2,66$ 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	$K = 7,48$ 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	$K = 4,22$ 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	$K = 3,39$ 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. Трифторметансульфонат (фторангидрид трифторметан сульфокислоты)	Методические указания на фотометрическое определение фторорганических соединений: Сб. МУ, в. 1 - 5. - М. 1981. - 187 с.
7. Хлоргидрат изонипекотиновой кислоты	$K = 2$ 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.