

**МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР**

---

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ВРЕДНЫХ  
Веществ в ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ**

(переработанные технические условия, выпуск № 9)

Москва — 1986 г.

"УТВЕРЖДАЮ"

Заместитель Главного  
государственного  
санитарного врача СССР

*А.И. Заиченко*  
А.И. ЗАИЧЕНКО

" 6 " ноября 1986 г.

№ 4196-86

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ  
ФЕНАНТРЕНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м. 178,24

Фенантрен – кристаллическое вещество белого цвета. Температура плавления  $100^{\circ}\text{C}$ , температура кипения  $340,2^{\circ}\text{C}$ . Нерастворим в воде, хорошо растворим в органических растворителях – спирте, эфире, хлороформе, ацетоне, бензоле, толуоле. В воздухе присутствует в виде аэрозоля.

I. Характеристика метода

Определение основано на образовании окрашенного в малиновый цвет соединения при окислении фенантрена перманганатом калия в уксуснокислой среде и последующем взаимодействии продукта реакции с уксуснокислым или углекислым гуванидином.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы 25 мкг.

Предел измерения фенантрена в воздухе  $0,4 \text{ мг/м}^3$  (при отборе 312 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций фенантрена  $0,4\text{--}4,0 \text{ мг/м}^3$ .

Граница суммарной погрешности измерения фенантрена в воздухе

не превышает  $\pm 25\%$ .

Предельно допустимая концентрация фенантрена в воздухе  $0,8 \text{ мг/м}^3$ .

## 2. Реактивы, растворы и материалы

Фенантрен, хч, ТУ 5П-134-74.

Основной стандартный раствор фенантрена с содержанием  $1 \text{ мг/мл}$  готовят растворением  $25 \text{ мг}$  вещества в  $25 \text{ мл}$  уксусной кислоты в мерной колбе на  $25 \text{ мл}$ . Раствор устойчив в течение месяца.

Стандартный раствор с содержанием  $250 \text{ мкг/мл}$  фенантрена готовят соответствующим разведением основного раствора уксусной кислотой. Раствор устойчив в течение недели.

Кислота уксусная, хч, ГОСТ 61-75, ледяная.

Калий марганцевокислый, хч, ГОСТ 20490-75,  $0,2 \text{ н}$  раствор.

Бензол, хч, ГОСТ 5955-75.

Спирт этиловый, ректификат, ГОСТ 5962-67.

Фильтры АФА-ХА-20.

## 3. Приборы и посуда

Фотоэлектроколориметр.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Пробирки химические, ГОСТ 10515-75.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью  $25$  и  $50 \text{ мл}$ .

Пипетки, ГОСТ 20292, вместимостью  $1, 2$  и  $5 \text{ мл}$ .

Баня водяная или глицериновая.

Термометр на  $250^\circ\text{C}$ .

#### 4. Проведение измерения

##### Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 10 л/мин. аспирируют через фильтр АФА-ХА-20, помещенный в фильтродержатель. Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 312 л воздуха. Пробы могут сохраняться в течение недели.

##### Условия анализа

Фильтр с отобранной пробой помещают в развернутом виде в воронку и смывают постепенно 5 мл уксусной кислоты в пробирку. Для анализа берут 1 мл полученного раствора, добавляют 1 мл 0,2 н раствора марганцевокислого калия и оставляют стоять на 30 мин. После этого в пробирки добавляют по 1 мл 0,2 н раствора щавелевой кислоты и пробы помещают на несколько минут в кипящую водяную баню для обесцвечивания избытка перманганата калия. После охлаждения образовавшийся фенантрахинон экстрагируют 3 мл бензола. Бензольный слой отделяют и выпаривают досуха на водяной бане. К сухому остатку, смоченному 4 каплями бензола, прибавляют на кончике шпателя ацетат или карбонат гуанидина и производят сплавление в глицериновой бане при температуре 170-200°C, в течение нескольких минут. На положительную реакцию указывает образование синего красителя. После охлаждения в пробирки добавляют по 3 мл этилового спирта и измеряют оптическую плотность полученного раствора в кювете с толщиной слоя 5 мм при длине волны 530 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Содержание фенантрена в анализируемом объеме пробы находят по предварительно построенному градуировочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице.

## Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор фенантрена, мл	Уксусная кислота, мл	0,2н раствор марганцево-кислого калия	0,2н раствор щавелевой кислоты	Бензол	Этиловый спирт	Содержание фенантрена, мкг
1	0	1,0	по 1 мл	по 1 мл	по	по 3мл	0
2	0,1	0,9	во	во	3мл	во	25
3	0,2	0,8	все	все	во	все	50
4	0,4	0,6	про-	про-	все	про-	100
5	0,6	0,4	бир-	бир-	про-	бир-	150
6	0,8	0,2	ки	ки	бир-	ки	200
7	1,0	0					250

Все пробы шкалы обрабатывают аналогично пробам.

Концентрация фенантрена в мг/м<sup>3</sup> воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{ef \cdot V}{V_1 \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

$ef$  - количество фенантрена, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

$V$  - общий объем пробы, мл;

$V_1$  - объем пробы, взятый для анализа, мл;

$V_{20}$  - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение I), л.

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей 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,  $^{\circ}\text{C}$ .

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

**К О Э Ф Ф И Ц И Е Н Т Ы**  
**для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°C**  
**и атмосферное давление 101,33 кПа**

°C	Д а в л е н и е P, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
I	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122	1,2185
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925	1,1986
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735	1,1795
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551	1,1611
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373	1,1432
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200	1,1258
-6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032	1,1039
-2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869	1,0925
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789	1,0846
+2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712	1,0767
+6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557	1,0612
+10	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407	1,0462

- 215 -

Продолжение приложения 2

I	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	0,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263	1,0316
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122	1,0175
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053	1,0105
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	1,0036
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917	0,9968
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851	0,9902
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9482	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595	0,9644
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471	0,9520

216