

ГОСТ 12.4.161-75

Группа Л09

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

Система стандартов безопасности труда

ПРОТИВОГАЗЫ И РЕСПИРАТОРЫ ПРОМЫШЛЕННЫЕ ФИЛЬТРУЮЩИЕ

Метод определения времени защитного действия фильтрующе-поглощающих коробок по парам ртути

Occupational safety standards system. Industrial filtering gas masks and respirators.

Method of testing all-service canisters protection time against mercury vapours

МКС 13.340.30

ОКСТУ 2509

Дата введения 1976-01-01

ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 11 мая 1975 г. N 1210

Ограничение срока действия снято по протоколу N 5-94 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11-12-94)

ВЗАМЕН ГОСТ 10187-62

ИЗДАНИЕ (ноябрь 2003 г.) с Изменениями N 1, 2, 3, утвержденными в августе 1980 г., июне 1985 г., декабре 1989 г. (ИУС 11-80, 8-85, 2-90)

Настоящий стандарт распространяется на промышленные фильтрующие противогазы и респираторы и устанавливает метод определения времени защитного действия фильтрующе-поглощающих коробок (далее - коробок) по парам ртути.

Сущность метода заключается в установлении промежутка времени от момента пуска потока паровоздушной смеси в коробку до момента появления за коробкой паров ртути в количестве, обнаруживаемом индикатором.

1а. МЕТОД ОТБОРА ОБРАЗЦОВ

1а.1. Образцы коробок для испытаний отбирают по нормативно-технической документации на коробки конкретного типа.

(Введен дополнительно, Изм. N 1).

1. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Динамическая установка типа ДП-3 по ТУ ВР 49.106.00 (схема и описание установки приведены в приложении 1).

Часы-будильник по ГОСТ 3145-84.

Термометр 3-Б2 по ГОСТ 28498-90.

Колба мерная, вместимостью 100 и 1000 см³ по ГОСТ 1770-74.

Баня водяная по ТУ 10-23-28-87.

Чашка выпарительная по ГОСТ 9147-80.

Цилиндр измерительный с носиком, вместимостью 250 см³ по ГОСТ 1770-74.

Цилиндр с шлифованной пробкой, вместимостью 25 см³ по ГОСТ 1770-74.

Бумага фильтровальная и лабораторная по ГОСТ 12026-76.

Эксикатор по ГОСТ 25336-82.

Склянка 1-5,0 по ГОСТ 25336-82 для аспиратора.

Трубки стеклянные гофрированные (по черт.2 приложения 2).

Пробирки стеклянные колориметрические по ГОСТ 25336-82.

Пипетки по ГОСТ 1770-74.

Испаритель паров ртути.

Ртуть по ГОСТ 4658-73.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72.

Йод по ГОСТ 4159-79, 0,1 н. водный раствор.

Калий йодистый по ГОСТ 4232-74, х.ч., 10 и 1%-ные водные растворы.

Ртуть хлорная (сулема) по фармакопее, статья 339 или ртуть йодная.

Ацетон по ГОСТ 2603-79.

Магний сернистый по ГОСТ 4523-77, чистый, фракция с размером зерен 0,25-0,5 мм, высушенный и прокаленный при 500 °С в течение 2 ч.

Медь сернистая по ГОСТ 4165-78, х.ч., 10%-ный водный раствор или медь хлорная по ГОСТ 4167-74, 7%-ный водный раствор.

Натрий сернистоокислый по ТУ 6-09-5313-86 1%-ный и 2,5 н. водные растворы.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 18300-87.

Кислота серная по ГОСТ 4204-77, х.ч.

Этиленгликоль по ГОСТ 10164-75.

Весы лабораторные ВЛР-20 и ВЛР-200 по ГОСТ 24104-88*.

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104-2001.

Батист хлопчатобумажный по ТУ 6-05-1828-77.

Трубки резиновые технические по ГОСТ 5496-78.

Железо хлорное по ГОСТ 4147-74, 20%-ный раствор.

Калий марганцевоокислый по ГОСТ 20490-75, 2%-ный раствор.

Ртуть (I) окись желтая по ГОСТ 5230-74.

Раствор N 1, готовят следующим образом: растворяют 2,5 г возогнанного йода и 30 г йодистого калия в небольшом количестве дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1000 см³ и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки. Раствор N 1 применяют при приготовлении стандартного раствора ртути.

Раствор N 2, готовят следующим образом: растворяют 0,0226 г йодной ртути HgI₂ или 0,0135 г хлорной ртути HgCl₂ в мерной колбе вместимостью 100 см³ в растворе N 1 и доводят этим же раствором содержимое колбы до метки. Полученный раствор содержит 1 мкг ртути в 1 см³. Раствор N 2 применяют при приготовлении стандартной шкалы. При отсутствии ртути хлорной или ртути йодной для приготовления раствора N 2 из ртути (I) окиси желтой необходимо предварительно приготовить ртуть хлорную следующим образом: 20 г ртути окиси желтой растирают с небольшим количеством дистиллированной воды до получения жидкой кашицы, которую затем переносят в раствор 10%-ной соляной кислоты объемом 75 см³, после растворения ртути окиси желтой жидкость фильтруют; фильтрат упаривают до появления кристаллической пленки и дают закристаллизоваться; полученные кристаллы ртути хлорной используют для приготовления раствора N 2.

Раствор N 3, готовят следующим образом: 30,0 г прокаленного сернокислого магния, 0,25 г предварительно возогнанного йода, 6,00 г йодистого калия и 5,5 см³ этиленгликоля растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

Раствор N 3 применяют для приготовления стандартной шкалы.

Раствор N 4, готовят следующим образом: в цилиндр с пришлифованной пробкой вносят 12 см³ 7%-ного раствора хлорной меди или 10%-ного раствора сернокислой меди и 14 см³ 2,5 н. раствора сернистоокислого натрия, закрывают цилиндр пробкой и взбалтывают до растворения образовавшегося осадка. Раствор пригоден в день приготовления. Применяется при определении концентрации ртути с помощью стандартной шкалы.

Раствор N 5, готовят следующим образом: в колбу вместимостью 25-50 см³ вносят 1,20 г йодистого калия, 0,10 г йода, 0,4 см³ дистиллированной воды, перемешивают, добавляют 12 см³ ацетона, 1 см³ этиленгликоля, перемешивают и слегка подогревают колбу на водяной бане. Раствор N 5 применяют при приготовлении сорбента паров ртути.

Сорбент паров ртути, готовят следующим образом: в фарфоровую чашку вносят определенную навеску порошка сернокислого магния и при помешивании стеклянной палочкой приливают раствор N 5 из расчета 1 см³ раствора на 1 г сернокислого магния.

Массу перемешивают до сыпучего состояния порошка.

Индикатор паров ртути, готовят следующим образом: смешивают равные объемы 10%-ного раствора сернокислой меди и 10%-ного раствора йодистого калия (по 200 см³). После осаждения образовавшегося осадка сливают верхний слой жидкости. Осадок промывают декантацией 2-3 раза дистиллированной водой, по одному разу 1%-ными растворами йодистого

калия и сернистоокислого натрия и снова 2 раза дистиллированной водой. Затем сливают воду с осадка, оставшуюся воду снимают фильтровальной бумагой. К осадку прибавляют немного этилового спирта до получения полужидкой пасты. Ватным тампоном или кисточкой наносят ровным тонким слоем приготовленную пасту на полоску (60x100 мм) фильтровальной бумаги и высушивают в эксикаторе. Хранят в склянке с пришлифованной пробкой, цвет индикатора - кремовый, срок годности - 15 дней.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 2, 3).

2. ПОДГОТОВКА К ИСПЫТАНИЮ

Время защитного действия коробок определяют при следующих постоянных условиях испытания:

а) объемный расход постоянного потока паровоздушной смеси:

(500 ± 15) см³/с - противогаз или респиратор применяют с одной коробкой;

($250 \pm 7,5$) см³/с - противогаз или респиратор применяют с двумя коробками;

б) относительная влажность воздуха (50 ± 3)%;

в) температура окружающей среды (20 ± 5) °С;

г) концентрация - насыщенные пары ртути в воздухе при (20 ± 1) °С.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

Подбирают диафрагму для контроля требуемого расхода воздуха.

Динамическую установку помещают в вытяжной шкаф и присоединяют к сети сжатого воздуха. Манометрическую трубку реометра заполняют до нулевой отметки серной кислотой или дистиллированной водой. В резервуар психрометра заливают дистиллированную воду; заполняют бачок для осушки воздуха, бачок для увлажнения воздуха и поглотительный бачок соответствующими сорбентами.

Присоединяют испаритель ртути и испытываемую коробку. В поток воздуха, выходящего из испытываемой коробки, помещают индикатор паров ртути. Испаритель ртути помещают в термостат, где поддерживают постоянную температуру, обеспечивающую получение заданной концентрации ртутных паров.

(Измененная редакция, Изм. N 1, 3).

Проверяют герметичность установки: перекрывают краны и зажимы, сообщающие установку с атмосферой, а к крану 15 (для отбора пробы) присоединяют аспиратор.

Установку считают герметичной, если при открытом кране аспиратора вода не вытекает.

Устанавливают заданный расход воздуха и влажность и определяют концентрацию паров ртути паровоздушной смеси.

Определение концентрации паров ртути

В стеклянную гофрированную трубку помещают 1 см³ сорбента паров ртути, присоединяют трубку в вертикальном положении к крану 15 (для отбора проб) и при помощи аспиратора протягивают 1 дм³ паровоздушной смеси в течение 20-30 мин.

После отбора пробы трубку отсоединяют, сорбент растворяют в 2,0 см³ дистиллированной воды. Отбирают 1,0 см³ раствора в колориметрическую пробирку.

Затем готовят стандартную шкалу согласно таблице.

Номер пробирки	Объем, см ³		Содержание ртути, мкг
	Раствор N 2	Раствор N 3	
1	0,2	0,8	0,2
2	0,3	0,7	0,3
3	0,4	0,6	0,4
4	0,6	0,4	0,6
5	0,8	0,2	0,8
6	1,0	0	1,0

Если окраска пробы слабее, чем окраска растворов шкалы вследствие улетучивания йода при отборе пробы, то в пробирку с пробой прибавляют по каплям 0,1 н. раствор йода до тех пор, пока окраска не сравняется с окраской в пробирке шкалы.

В пробирку с пробой и во все пробирки шкалы прибавляют по 0,8 см³ раствора N 4. Перемешивают содержимое пробирок и оставляют на 15 мин до полного осаждения взвеси.

Сравнивают окраску на белом фоне в отраженном свете, поставив пробирку с пробой между двумя пробирками шкалы.

Концентрацию паров ртути в паровоздушной смеси (C) в г/м³ вычисляют по формуле

$$C = \frac{2a}{V1000},$$

где a - количество ртути, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

2 - общий объем исследуемого раствора, см³;

V - объем паровоздушной смеси, отобранной для анализа, дм³.

Примечание. При времени защитного действия более 30 ч допускается определять концентрацию паров ртути по изменению массы другим методом, обеспечивающим заданную точность определения.

(Измененная редакция, Изм. N 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ ИСПЫТАНИЯ

Направляют паровоздушную смесь в испытываемую коробку и отмечают время начала испытания.

Наблюдают за расходом воздуха, влажностью и температурой паровоздушной смеси, поддерживая заданные условия испытания.

Поддерживают необходимую температуру в термостате, периодически контролируя концентрацию ртути паровоздушной смеси.

Отмечают момент появления розовой окраски индикатора.

Примечание. Допускается определять наличие паров ртути за коробкой другими методами, например, с помощью прибора, действие которого основано на поглощении ртутными парами ультрафиолетового излучения при длине волны 2537 А и измерении этого поглощения вакуумным фотоэлементом. Чувствительность этих методов не должна быть ниже стандартизируемого метода.

После проскока, фиксируемого индикатором, выключают воздух и отсоединяют испытываемую коробку.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

При длительных испытаниях за среднюю концентрацию паров ртути в паровоздушной смеси принимают среднее арифметическое результатов всех определений.

Время защитного действия τ_0 в часах вычисляют по формуле

$$\tau_0 = \tau_1 \frac{\bar{C}}{C_0},$$

где \bar{C} - средняя концентрация паров ртути за время опыта, г/м³;

C_0 - заданная начальная концентрация, г/м³;

τ_1 - время от момента пуска паровоздушной смеси в коробку до проскока, фиксируемого индикатором, ч.

5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Пары ртути сильно токсичны, отравление происходит, главным образом, вследствие вдыхания паров. При хронических отравлениях поражается центральная нервная система.

Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны - 0,01 мг/м³. Ртуть относится к веществам первого класса опасности по ГОСТ 12.1.005-88.

Все операции со ртутью должны проводиться в специально оборудованных вытяжных шкафах, в помещениях, отвечающих требованиям работы со ртутью в соответствии с требованиями ГОСТ 12.3.031-83.

Посуда и резервуары со ртутью должны находиться на специальных подставках, предотвращающих разбрызгивание и разлив ртути; при наполнении сосудов ртутью следует соблюдать меры предосторожности в соответствии с инструкциями по работе со ртутью.

5.1, 5.2. (Измененная редакция, Изм. N 3).

При разливе ртути следует ее тщательно собрать, а место разлива дегазировать в соответствии с инструкцией по дегазации ртути.

На рабочем месте необходимо иметь противогаз марки Г, дегазирующие и нейтрализующие средства в соответствии с инструкцией по выполнению указанного вида работ.

ПРИЛОЖЕНИЕ 1 (обязательное).

ДИНАМИЧЕСКАЯ УСТАНОВКА

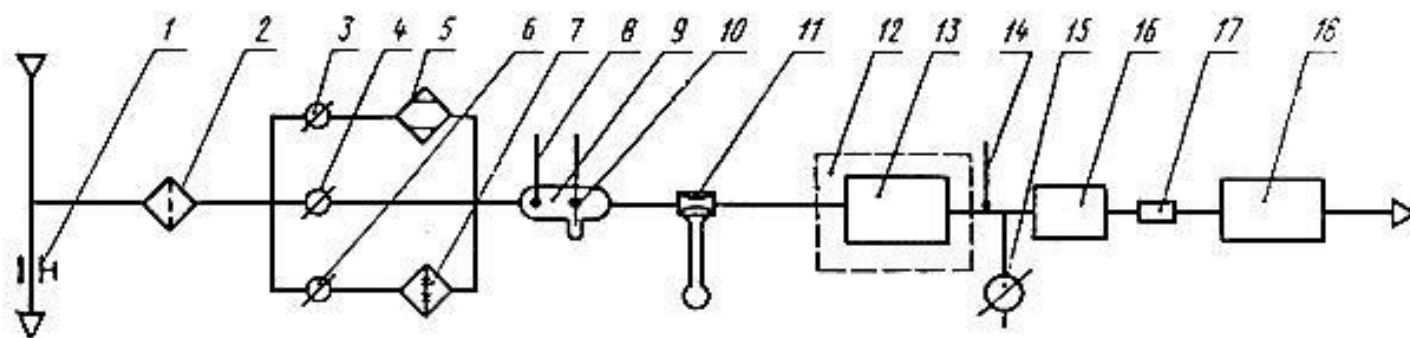
ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Обязательное

1. Динамическая установка предназначена для определения времени защитного действия коробок промышленных противогозов и респираторов. Для создания паровоздушной смеси установка подключается к сети сжатого воздуха.

2. Схема установки для испытания одной коробки приведена на чертеже.

Схема динамической установки



Допускаются испытания на установке, работающей под разрежением, а также предназначенной для одновременного испытания большого числа коробок.

Составные части динамической установки:

1 - винтовой зажим. Допускается применять стабилизатор давления воздуха с максимальной погрешностью не более ± 14 кПа;

2 - очиститель сжатого воздуха (противогазовая коробка с фильтром);

3, 4, 6 - одноходовые краны (диаметр канала не менее 10 мм);

5 - бачок для осушки воздуха (заполняют осушителем);

7 - бачок для увлажнения воздуха (заполняют активным углем, предварительно смоченным водой так, чтобы он сохранял сыпучее состояние);

8 - термометр психрометрический "сухой" ТМ6 по ГОСТ 112-78 или ТЛ-18 по ГОСТ 28498-90;

9 - аспирационная трубка психрометра;

10 - психрометрический "влажный" термометр; шарик термометра должен быть плотно обернут на полтора оборота полоской прокипяченного в дистиллированной воде батиста, конец которого опущен в резервуар с водой; уровень воды должен находиться на расстоянии не более 4 см от шарика термометра;

11 - реометр с диафрагмой для измерения расхода воздуха;

12 - термостат;

13 - испаритель ртути выбирают с таким зеркалом испарения, чтобы обеспечить заданную концентрацию паров ртути в воздухе, например, можно использовать коническую колбу с диаметром дна не менее 18 см;

14 - термометр;

15 - одноходовой кран, диаметр канала - не более 5 мм;

16 - испытываемая коробка;

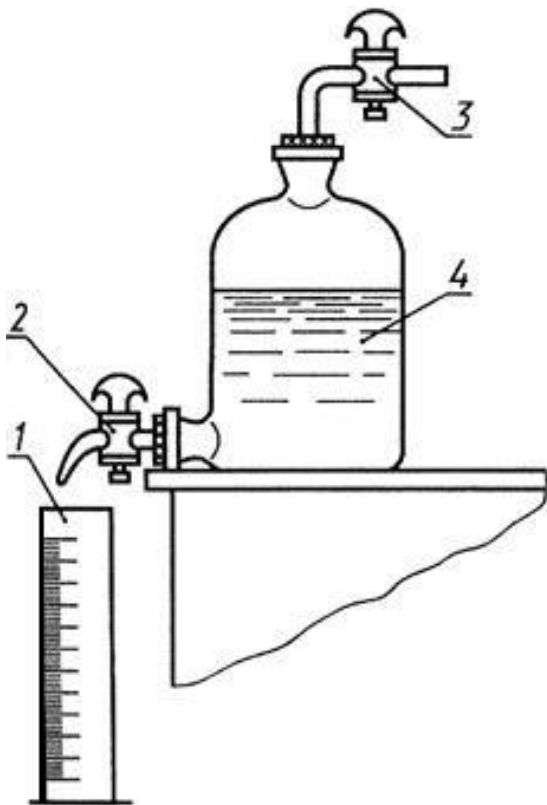
17 - индикатор;

18 - поглотительный бачок, заполняют поглотителем паров ртути.
(Измененная редакция, Изм. N 1, 3).

ПРИЛОЖЕНИЕ 2 (справочное)

ПРИЛОЖЕНИЕ 2
Справочное

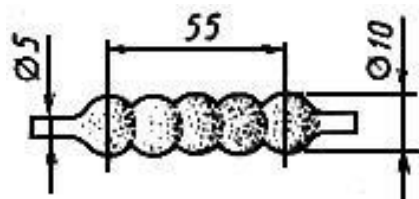
Аспиратор с измерительным цилиндром



1 - измерительный цилиндр вместимостью 1000 см³ по ГОСТ 1770-74; 2 - одноходовой спускной кран; 3 - одноходовой кран по ГОСТ 7995-82; 4 - склянка 1-5,0 по ГОСТ 25336-82

Черт.1

Стеклянная гофрированная трубка



Черт.2

ПРИЛОЖЕНИЕ 2. (Измененная редакция, Изм. N 1, 2).