МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РСФСР

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ, ОСНОВАННЫЕ НА ПРИМЕНЕНИИ ПЛЕНОЧНЫХ СОРБЕНТОВ

Методические рекомендации

ЛЕНИНГРАД
1980

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ РСФСР

Ленинградский научно-исследовательский институт
гигиены труда и профессиональных заболеваний

«СОГЛАСОВАНО»

Зам. начальника Главного управления научно-исследовательских институтов и координации научных исследований

Н. А. ДЕМИДОВ

17 декабря 1979 г.

«УТВЕРЖДАЮ»

Заместитель министра здравоохранения РСФСР

К. И. АКУЛОВ

14 января 1980 г.

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ, ОСНОВАННЫЕ НА ПРИМЕНЕНИИ ПЛЕНОЧНЫХ СОРБЕНТОВ

Методические рекомендации

ЛЕНИНГРАД
1980

В методических рекомендациях приведены методы определения низших меркаптанов в присутствии сероводорода, фенола в присутствии анилина и формальдегида, диметиламина, озона, хлористого и бромистого водорода. Методы основаны на улавливании исследуемого вещества из воздуха с помощью специально разработанных пленочных хемосорбентов и обладают высокой чувствительностью и специфичностью.

Методические рекомендации составили:
Е. Э. Гершкович, Т. Н. Гражданова, И. И. Распутнис и *В. П. Якимова*

© Ленинградский научно-исследовательский институт гигиены труда и профессиональных заболеваний.

Введение

Требования, предъявляемые гигиенической наукой и практикой к санитарно-химическому анализу, заставляют постоянно совершенствовать способы определения токсических веществ в воздухе, повышать их чувствительность и селективность.

Существующий способ отбора проб, основанный на аспирации воздуха через жидкостные поглотительные среды, в большинстве случаев, отличается незначительной скоростью протягивания воздуха и несовершенством применяемой аппаратуры. Часто он не обеспечивает накопления необходимого количества вещества за короткий отрезок времени, что приводит к нежелательному усреднению пробы.

Необходимость модернизации отбора проб особенно обострилась в связи с введением в действие ГОСТа 12.1.005-76, ограничивающего продолжительность отбора максимально-разовых проб.

В связи с этим все большее значение приобретают различные виды так называемых «твердых» хемосорбентов, представляющих собой инертные носители, пропитанные соответствующими реактивами. Одним из вариантов таких сорбентов являются специальные сорбционные трубки, где в качестве носителя используют стеклянный порошок, помещенный между двумя перфорированными перегородками (рис. 1).

Исследования, проведенные в последние годы, показали, что наиболее эффективными для улавливания микроконцентраций токсических веществ являются разрабатываемые в лаборатории специальные пленочные сорбционные трубки, применение которых позволяет повысить скорость протягивания воздуха с 0,5 до 15 и даже 30 л/мин.

Кроме того, эти трубки компактны, легки в изготовлении, являются устройствами многократного использования и особенно удобны в экспедиционных условиях.

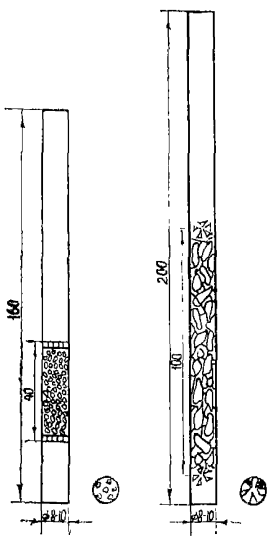


Рис. 1

Не меньшее значение для гигиенических исследований имеет и повышение селективности методов анализа.

Сочетание разработанных способов отбора проб воздуха с селективными цветообразующими реакциями позволило создать высокочувствительные методы определения низших меркаптанов в присутствии сероводорода, фенола в присутствии формальдегида и анилина, диметиламина, озона, хлористого и бромистого водорода.

Таким образом, рекомендуемые методы позволят научным сотрудникам и работникам практического здравоохранения значительно ускорить и упростить проведение гигиенических исследований, повысить чувствительность и селективность методов определения токсических веществ в воздушной среде производственных помещений и атмосферном воздухе.

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕРКАПТАНОВ В ВОЗДУХЕ

Меркаптаны — вещества с очень неприятным и стойким запахом. Основные свойства их приведены в таблице.

Таблица

Название в-ва, формула	Мол. вес	Ткип. °С	Плотность при 20°С	Растворимость		
				в воде	в спирте	в щелочи
Метилмеркаптан CH_3SH	48,10	5,8	0,896	2,3 г в 100 мл H_2O	раств.	легко раств.
Этилмеркаптан C_2H_5SH	62,13	36-37	0,839	1,5 вес %	легко раств.	легко раств.
н-пропилмеркаптан C_3H_7SH	76,15	67	0,841	мало раств.	легко раств.	раств.
н-бутилмеркаптан C_4H_9SH	90,18	98,5	0,842	мало раств.	легко раств.	раств.

I. Общая часть

1. Метод основан на улавливании меркаптана в поглотительной трубке, внутренняя поверхность которой покрыта пленкой раствора ацетата ртути и глицерина, элюировании образующегося меркаптида водой и определении его фотометрически по реакции с N, N-диметил-пара-фенилендиамином в присутствии хлорного железа.

2. Предел обнаружения при исследовании метил- и этилмеркаптана 1 мкг, пропил- и бутилмеркаптана 2 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения при исследовании воздуха производственных помещений составляет 0,02 мг/м³, при исследовании атмосферного воздуха — $9 \cdot 10^{-6}$ мг/м³.

4. Погрешность определения при содержании 3 мкг и 30 мкг метилмеркаптана составляет 10% и 3% соответственно.

5. Интервал определяемых концентраций метил- и этилмеркаптана от 0,06 до 4,7 мг/м³ при анализе воздуха производственных помещений, при анализе атмосферного воздуха от $9 \cdot 10^{-6}$ до $1 \cdot 10^{-3}$ мг/м³.

6. Определению не мешает диметилсульфид, диметилдисульфид, фенол, скипидар.

7. Присутствие сероводорода в пробе до 25 мкг не мешает определению: сероводород в виде сульфоацетата ртути отделяют фильтрованием или центрифугированием перед фотометрированием. Мешающее влияние более высоких концентраций сероводорода устраняется применением сорбционной трубки, обработанной арсенитом натрия.

8. Предельно допустимые концентрации в воздухе рабочей зоны метилмеркаптана 0,8 мг/м³, этилмеркаптана и бутилмеркаптана — 1,0 мг/м³, ПДК метилмеркаптана в атмосферном воздухе — $9 \cdot 10^{-6}$ мг/м³

II. Реактивы и аппаратура

9. *Применяемые реактивы.*

S-метил-изо-тиомочевина сернокислая $\left[CH_3-S-C\begin{matrix}NH\\ \diagdown NH_2\end{matrix}\right]_2 \cdot H_2SO_4$ ТУ 6-09-2543-72, перекристаллизованная из воды и высушенная при 60—80°С. Хранят в плотно закрытой темной склянке..

Стандартный раствор S-метил-изо-тиомочевины № 1. Навеску 0,2895 г сульфата *S*-метил-изо-тиомочевины растворяют в воде в мерной колбе емкостью 200 мл. 1 мл этого раствора соответствует содержанию метилмеркаптана 500 мкг.

Стандартный раствор S-метил-изо-тиомочевины № 2, 1 мл которого соответствует содержанию метилмеркаптана 10 мкг 4 мл стандартного раствора № 1 помещают в мерную колбу емкостью 200 мл и доводят до метки водой.

Можно использовать стандартный раствор метилмеркаптида свинца (см. методику 2).

Спирт этиловый, ГОСТ 1074-64.

Стандартные растворы этил-, пропил-, бутилмеркаптана. Готовят растворением точной навески меркаптана в этаноле. Путем соответствующего разбавления этанолом получают рабочие стандартные растворы с содержанием меркаптана 50 и 10 мкг в 1 мл. Вследствие высокой летучести меркаптанов их спиртовые растворы неустойчивы.

В случае отсутствия этил-, пропил- и бутилмеркаптана для их определения можно пользоваться стандартными растворами сульфата S-метил-изо-тиомочевины (S-МИТМ). 1 мл стандартного раствора S-МИТМ № 1 соответствует 500 мкг метилмеркаптана, 645 мкг этилмеркаптана, 790 мкг пропилмеркаптана, 935 мкг бутилмеркаптана.

Ртуть уксуснокислая $Hg(OOCCH_3)_2$, ч. д. а., ГОСТ 5509-51, 5%-й раствор, подкисленный несколькими каплями ледяной уксусной кислоты для предотвращения гидролиза. Хранят в темной склянке. Раствор не должен содержать ионов одновалентной ртути.

Проба на Hg^+-ион: к 100 мл раствора $Hg(OOCCH_3)_2$ приливают не более 1—2 капель насыщенного раствора хлористого натрия (х. ч.). Раствор перемешивают и оставляют на 30 мин. В случае появления мути Hg_2Cl_2 раствор отфильтровывают на воронке Бюхнера через три фильтра «синяя лента».

Глицерин, ч. д. а., ГОСТ 6259-75.

Раствор для смачивания носителя в сорбционных трубках, предназначенных для улавливания меркаптанов. Смешивают 4 объема 5%-го раствора ацетата ртути и 1 объем глицерина. Применяют свежеприготовленный раствор.

Натрия гидроокись NaOH, ч. д. а., ГОСТ 4328-66, 20%-й раствор.

Натрий мышьяковистокислый, 5%-й раствор. Растворяют 5 г мышьяковистого ангидрида в 20 мл 20%-го раствора гидроокиси натрия, нагревают до растворения навески и приливают 80 мл воды.

Раствор для смачивания носителя в трубках, предназначенных для поглощения сероводорода. Смешивают 10 объемов арсенита натрия и 4 объема глицерина, pH раствора 9,0.

Соляная кислота, х. ч., ГОСТ 3118-67, конц. и 2 Н раствор.

N,N-диметил-пара-фенилендиамин солянокислый, ч. д. а.,

ТУ 6-09-1903-72, 0,1%-й раствор в концентрированной соляной кислоте. Хранят в темной склянке с притертой пробкой в холодильнике. Раствор устойчив в течение 3-х месяцев.

В случае отсутствия солянокислого (или сернокислого) диметил-пара-фенилендиамина его 0,1%-й раствор в концентрированной соляной кислоте получают восстановлением метилового оранжевого цинком.

Метиловый оранжевый, ГОСТ 10816-64.

Цинк металлический, гранулированный, х. ч., ГОСТ 989-62.

1,3 г метилового оранжевого через воронку помещают в коническую термостойкую колбу емкостью 250 мл и растворяют при нагревании в 30 мл воды. Добавляют 10 мл концентрированной соляной кислоты и 5 гранул цинка. Колбу прикрывают воронкой для предотвращения разбрызгивания. Смесь кипятят при слабом нагревании до исчезновения розовой окраски, периодически взбалтывая. По мере выкипания раствора прибавляют небольшими порциями еще 10 мл соляной кислоты, 10—15 мл воды и 5—8 гранул цинка.

Желтоватый раствор переливают вместе с нерастворившимся цинком в чистую склянку и после охлаждения фильтруют через фильтр «синяя лента». Помещают раствор в смесь льда или снега с солью и через 10—15 мин. приливают 2—3 мл ледяной воды. При охлаждении и потирании стеклянной палочкой по стенке стаканчика выкристаллизовывается сульфаниловая кислота, которую отфильтровывают на воронке Бюхнера с небольшим приемников и отбрасывают. Фильтрат собирают в мерную колбу емкостью 500 мл и доводят до метки концентрированной соляной кислотой.

Железо хлорное, $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, ч. д. а., ГОСТ 4147-65, 4%-й раствор. 14,5 мл насыщенного при 20°С раствора хлорного железа (раствор над твердой фазой) помещают в мерную колбу емкостью 100 мл, доводят до метки водой и перемешивают. Сливают равные объемы полученного раствора хлорного железа и 2Н соляной кислоты. Раствор хранят в холодильнике.

Составной реактив. Сливают 3 объема 0,1%-го раствора диметил-пара-фенилендиамина и 1 объем раствора хлорного железа в склянку темного стекла с притертой пробкой. Раствор готовят перед употреблением, устойчив в течение 6 ч.

10. *Применяемые посуда и приборы.*

Сорбционные трубки для отбора проб воздуха. Трубки из стекла «Пирекс» диаметром 8—10 мм и длиной 18—20 см,

в которых между двумя перегородками помещено 2—3 мл стеклянных гранул размером 1—3 мм или 4 мл стеклянной крошки размером 3—5 мм.

Пробирки химические размером 16×150 мм.

Пробирки колориметрические размером 16×180 мм с пришлифованными пробками.

Пипетки, ГОСТ 1770-74, емкостью 1, 2, 5 и 10 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50, 100, 200, 1000 мл с притертыми пробками.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50 мл.

Колба Вюрца.

Воронка Бюхнера.

Фильтры «синяя лента».

Поглотительные приборы Рыхтера длиной 170 мм, диаметром 20 мм.

Груши резиновые.

Электроаспиратор или аспирационное устройство, обеспечивающее рекомендуемые скорости протягивания воздуха (например, установка компрессорная УК-25/1,6 с сухими реометрами или мембранный компрессор для зубоврачебных работ типа МКЗР, всасывающее отверстие которого необходимо вывести через корпус с помощью металлического патрубка диаметром 10 мм).

Фотоэлектроколориметр.

III. Подготовка сорбционных трубок к отбору проб воздуха

11. Новые трубки помещают в высокий стакан, заливают 10—20%-м раствором соды и кипятят в течение 30 мин. Затем с помощью водоструйного насоса или груши промывают трубки сначала водопроводной водой, затем дистиллированной, после чего сушат при температуре 120—150° С.

После анализа трубки промывают водопроводной водой, затем дистиллированной, и сушат.

Слой стекла в поставленной в пробирку трубке смачивают 0,4 мл смеси раствора ацетата ртути и глицерина. Трубку для задерживания сероводорода смачивают 0,4 мл смеси раствора арсенита и глицерина, излишки раствора выдувают грушей в склянку. Подготовленные трубки закрывают заглушками или помещают в полиэтиленовые мешочки и транс-

портируют к месту отбора проб. Срок хранения подготовленных трубок в темном месте не более недели.

IV. Отбор пробы воздуха

12. Для анализа воздуха производственных помещений через две последовательно соединенные трубки, обработанные ацетатом ртути, протягивают 20 л воздуха со скоростью 5—10 л/мин в течение 4—2 мин. При скоростях отбора меньше 5 л/мин частично поглощается диметилдисульфид, что может завышать результаты определения. При наличии в воздухе сероводорода в концентрации выше 2 мг/м^3 перед сорбционными трубками устанавливают ловушку сероводорода: трубку, обработанную арсенитом натрия и глицерином.

Отбор проб атмосферного воздуха, загрязненного этил-, пропил- и бутилмеркаптаном, осуществляют, протягивая воздух со скоростью 15—25 л/мин через одну трубку.

Для определения метилмеркаптана в концентрациях на уровне ПДК атмосферного воздуха необходимо отобрать 108 м^3 воздуха. С этой целью в точке отбора пробы устанавливают параллельно 3 сорбционные трубки и протягивают через каждую трубку по 36 м^3 воздуха со скоростью 25 л/мин. При анализе содержимое 3-х трубок анализируют, как одну пробу.

В процессе отбора проб трубки располагают вертикально, заполненным концом вниз, и защищают от света с помощью чехла из черной бумаги. Срок хранения отобранных проб в темном месте — 7 дней.

V. Описание определения

13. Перед анализом внешние стенки трубки протирают слегка увлажненной фильтровальной бумагой, затем сухой и помещают в пробирку входным отверстием вниз. Пробу смывают 9 мл воды с помощью пипетки, кончик которой касается внутреннего края трубки и перемещается по окружности. Приливают в трубку 0,5 мл составного реактива (диметил-п-фенилендиамина и хлорного железа). С помощью резиновой груши, надетой на конец трубки, осторожно перемешивают содержимое пробирки, затягивая раствор на возможно более высокий уровень в трубку (раствор не должен попадать в грушу!) и вытесняя в пробирку. Трубку оставляют

в пробирке на 30 мин, после чего повторяют операцию перемешивания, вынимают трубку, вытеснив капли раствора в пробирку. Если раствор окажется мутным, его центрифунируют или фильтруют через фильтр «синяя лента».

Измеряют оптическую плотность раствора при 496 нм (светофильтр № 5 на ФЭК-56М) в кювете с длиной слоя 2 см относительно нулевого раствора.

Пробу атмосферного воздуха, содержащую меркаптан и отобранную с помощью 3-х трубок, анализируют следующим образом. Трубки, заполненными концами вниз, помещают в широкую пробирку, цилиндр или узкий и высокий стаканчик, заливают в каждую трубку по 3 мл воды и затем составной реактив. Общее количество составного реактива 0,5 мл распределяют примерно одинаково на 3 трубки. Перемешивают содержимое пробирки или стаканчика с помощью груши, прокачивая раствор поочередно через все трубки. Далее поступают как описано выше. Аналогичным образом через ход анализа проводят «холостую» пробу.

Количество меркаптана определяют с помощью калибровочного графика по разности оптических плотностей растворов пробы и холостого опыта.

Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов.

Таблица 1

Шкала стандартов для определения метилмеркаптана

Реактив	Номера стандартов									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Станд. р-р S-МИТМ, № 2, мл	0	0,1	0,2	0,5	1,0	1,5	2,0	3,0	5,0	7,0
Вода, мл	9,0	8,9	8,8	8,5	8,0	7.5	7,0	6,0	4,0	2,0
Р-р ацетата ртути и глицерина, мл	по 0,4 мл во все пробирки									
Содержание метилмеркаптана, мкг	0	1,0	2,0	5,0	10,0	15,0	20,0	30,0	50,0	70,0

Во все пробирки приливают по 0,5 мл составного реактива, растворы перемешивают и через 30 мин фотометрируют аналогично пробе.

Данная шкала стандартов может быть использована для определения других гомологов. В этом случае содержание меркаптана умножают на коэффициент, составляющий по отношению к метилмеркаптану: 1,29 для этил-, 1,58 для пропил- и 1,87 для бутилмеркаптана.

В том случае, когда при определении меркаптанов пользуются спиртовыми стандартными растворами, пробу воздуха смывают 8,0 мл воды, 1,0 мл этанола и далее поступают, как описано выше.

Таблица 2

Шкала стандартов для определения этил-, пропил- и бутилмеркаптана

Реактив	Номера стандартов										
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
Раствор ацетата ртути и глиц., мл	по 0,4 мл во все пробирки										
Станд. р-р меркаптана в этаноле 10 мкг/мл, мл	0	0,1	0,2	0,4	0,7	1,0	—	—	—	—	—
Станд. р-р меркаптана, 50 мкг/мл, мл							0,3	0,4	0,6	0,8	1,0
Этиловый спирт,	1,0	0,9	0,8	0,6	0,3	0	0,7	0,6	0,4	0,2	0
Содержание меркаптана, мкг	0	1,0	2,0	4,0	7,0	10	15	20	30	40	50

Затем во все пробирки приливают по 8,0 мл воды и по 0,5 мл составного реактива и далее поступают, как при определении метилмеркаптана.

На основании фотометрирования 5-6 шкал строят график зависимости оптической плотности от содержания меркаптана.

Концентрацию меркаптана в воздухе X в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a}{V},$$

где a — количество меркаптана, найденное в пробе, мкг; V — объем воздуха, отобранного на анализ, приведенный к 20° С и 760 мм рт. ст. при анализе воздуха производственных помещений и приведенный к нормальным условиям при анализе атмосферного воздуха.

РАЗДЕЛЬНОЕ ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТИЛМЕРКАПТАНА И СЕРОВОДОРОДА ПРИ СОВМЕСТНОМ ПРИСУТСТВИИ В ВОЗДУХЕ

Название вещества, формула	Мол. вес	Т кип. °С	Плотность по отнош. к воздуху	Растворимость, г/100 мл	
				в воде	в спирте
Сероводород H_2S	34,09	—61,8	1,19	0,5 (при 10°)	1,8 (при 10°)
Метилмеркаптан CH_3SH	48,07	+6,0	1,80	2,3 (при 10°)	хорошо растворим

I. Общая часть

1. Определение основано на улавливании метилмеркаптана и сероводорода в поглотительной трубке с пленкой суспензии гидроокиси кадмия, ацетата кадмия и глицерина, элюировании образующихся меркаптида и сульфида кадмия водой, реакции их с солянокислым раствором N, N-диметил-п-фенилендиамина в присутствии хлорного железа и фотометрировании окрашенного раствора при 496 и 675 нм. При взаимодействии диметил-п-фенилендиамина с сульфидом кадмия образуется метиленовая синь (λ_{max} 675 мм), с меркаптидом кадмия — красный краситель (λ_{max} 496 нм).

2. Предел обнаружения метилмеркаптана 1 мкг, сероводорода 0,2 мкг в фотометрируемом объеме раствора.

Метод позволяет раздельно определить в фотометрируемом объеме пробы 50 мкг метилмеркаптана и до 10 мкг сероводорода. При содержании сероводорода выше 10 мкг пробу необходимо разбавлять, соблюдая необходимую кислотность и концентрацию реагентов в конечном растворе.

3. Предел обнаружения при исследовании 300 л воздуха $3 \cdot 10^{-3}$ мг/м³ метилмеркаптана и $7 \cdot 10^{-4}$ мг/м³ сероводорода.

4. Погрешность определения при содержании 5 мкг сероводорода 8%, 20 мкг метилмеркаптана 5%.

5. Интервал определяемых концентраций при исследовании 20 л воздуха от 0,05 до 3,5 мг/м³ метилмеркаптана и от 0,01 до 0,5 мг/м³ сероводорода; при исследовании 300 л воздуха от 0,003 до 0,17 мг/м³ метилмеркаптана и от 0,0007 до 0,03 мг/м³ сероводорода.

6. Этил-, пропил-, бутилмеркаптан и другие гомологи реагируют аналогично метилмеркаптану и определяются суммарно.

7. Определению не мешают диметилдисульфид, диметилсульфид, фенол, скипидар.

8. Предельно допустимые концентрации в воздухе рабочей зоны метилмеркаптана 0,8 мг/м^3, сероводорода 10 мг/м^3, в атмосферном воздухе соответственно $9 \cdot 10^{-6}$ и $8 \cdot 10^{-3}$ мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

9. *Применяемые реактивы и растворы.*

Дистиллированная вода не должна содержать ионов тяжелых металлов.

Свинец уксуснокислый, $Pb(OOCCH_3)_2$, х. ч., ГОСТ 1027-67, 10%-й раствор.

Серная кислота, H_2SO_4, 10%-й раствор.

S-метил-изо-тиомочевина серная $\left[CH_3-S-C\begin{matrix}=NH\\ \diagdown NH_2\end{matrix}\right]_2 \cdot H_2SO_4$ ч., ТУ 6-09-2543-72.

Метилмеркаптид свинца. Для получения метилмеркаптида свинца в вытяжном шкафу собирают прибор, состоящий из колбы Вюрца, отводная трубка которой соединена с системой из 4-х поглотителей Рыхтера. Первый поглотитель заполняют 5 мл 10%-го раствора серной кислоты, а три последующих — 5—7 мл 10%-го раствора ацетата свинца. Выводной отвод последнего поглотительного прибора соединяют с водоструйным насосом.

В колбу помещают 70 г сульфата S-метил-изо-тиомочевины; приливают 100 мл 20%-го раствора едкого натра и неплотно прикрывают колбу пробкой. При помощи водоструйного насоса через систему протягивают воздух со скоростью 100—200 мл/мин. Нагревают колбу на пламени спиртовки сначала слабо, затем до кипения. Выделяющийся из кобы метилмеркаптан поглощается ацетатом свинца с образованием метилмеркаптида свинца. После окончания реакции содержимое трех последних поглотительных приборов фильтруют на воронке Бюхнера (в вытяжном шкафу!), осадок промывают холодной водой и сушат в темном месте в вакуум-эксикаторе над хлористым кальцием. Хранят метилмеркаптид свинца в темной склянке в холодильнике.

Ртуть уксуснокислая, $Hg(OOCCH_3)_2$, ч. д. а. ГОСТ 5509-51, 5%-й раствор, подкисленный несколькими каплями ледяной уксусной кислоты для предотвращения гидролиза.

Стандартный раствор метилмеркаптида свинца № 1, соответствующий содержанию метилмеркаптана 500 мкг в 1 мл. Навеску 0,1567 г метилмеркаптида свинца растворяют в 5%-м растворе ацетата ртути в мерной колбе емкостью 100 мл. Раствор сохраняется в холодильнике не менее 3-х месяцев.

Стандартный раствор метилмеркаптида свинца № 2, соответствующий содержанию метилмеркаптана 10 мкг/мл. 2 мл стандартного раствора № 1 помещают в мерную колбу емкостью 100 мл и доводят до метки водой.

Тиоацетамид, $CH_3—\overset{\overset{S}{\|}}{C}—NH_2$, ч., ТУ 4000-75. Перекристаллизация тиоацетамида: 5—7 г тиоацетамида растворяют приблизительно в 30 мл горячей (90°) воды, горячий раствор фильтруют и охлаждают, поместив стаканчик в ледяную баню. Кристаллы отсасывают на воронке Бюхнера и сушат при температуре 60—80°С в течение 2—3 часов. Хранят перекристаллизованный тиоацетамид в хорошо закрытой склянке в холодильнике.

Стандартный раствор тиоацетамида № 1, соответствующий содержанию сероводорода 100 мкг/мл, готовят растворением 0,2206 г тиоацетамида в 1 л дистиллированной воды. Раствор устойчив при комнатной температуре в течение 7 дней, при хранении в холодильнике — не менее 4-х мес.

Стандартный раствор тиоацетамида № 2, соответствующий концентрации сероводорода 2 мкг/мл. 1 мл стандартного раствора тиоацетамида № 1 вносят в мерную колбу емкостью 50 мл и доводят водой. Раствор устойчив в течение 2 суток.

Кадмий уксуснокислый, $Cd(OOCCH_3)_2$, ч. д. а., ГОСТ 5824-71.

Глицерин, ч. д. а., ГОСТ 6259-75.

Раствор ацетата кадмия и глицерина. 20 г ацетата кадмия и 20 мл глицерина растворяют в 100 мл воды.

Натрия гидроокись, NaOH, х. ч., ГОСТ 4328-66, 20%-й и 5 Н растворы.

Кислота соляная, HCl, х. ч., ГОСТ 3118-67, концентрированная и 2 Н раствор.

N, N-диметил-пара-фенилендиамин солянокислый, ч. д. а., ТУ 6-09-1903-72, 0,2%-й раствор в концентрированной соляной кислоте. Хранят в темной склянке с притертой пробкой в холодильнике. Раствор устойчив не менее 3-х мес.

Железо хлорное, $FeCl_3 \cdot 6H_2O$, ч. д. а., ГОСТ 4147-65, 4%-й раствор. 14,5 мл насыщенного при 20° С раствора хлорного железа (раствор над твердой фазой) помещают в мерную колбу емкостью 100 мл и доводят до метки водой. Сливают равные объемы полученного раствора хлорного железа и 2Н соляной кислоты. Раствор устойчив. Хранят в холодильнике.

Составной реактив. Смешивают 7 объемов раствора диметил-пара-фенилендиамина и 1 объем раствора $FeCl_3$. Устойчив в течение 6 часов.

10. *Применяемые посуда и приборы.*

Сорбционные трубки для отбора проб воздуха. Трубки из стекла «Пирекс» диаметром 8—10 мм и длиной 180—200 мм, в которых между двумя шипообразными перегородками помещено 4 мл стеклянной крошки размером 2—5 мм.

Пробирки химические размером 16×150 мм.

Пробирки колориметрические с прошлифованными пробками размером 16×160 мм.

Пипетки, ГОСТ 1770-74, емкостью 1, 2, 5 и 10 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50, 100, 1000 мл с притертыми пробками.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50 мл.

Колба Вюрца.

Воронка Бюхнера.

Фильтры «синяя лента».

Поглотительные приборы Рыхтера.

Груши резиновые.

Электроаспиратор или аспирационное устройство, обеспечивающее высокие скорости протягивания воздуха (например, мембраный компрессор для зубоврачебных работ типа МКЗР или установка компрессорная УК-25/1,6 с сухими реометрами).

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56М или спектрофотометр.

III. Подготовка сорбционных трубок к отбору проб воздуха

11. Трубки промывают с помощью водоструйного насоса или резиновой груши растворами обычных моющих средств, водопроводной, затем дистиллированной водой, после чего сушат при 120—170° С.

Слой стекла в вертикально поставленной входным отверстием вверх трубке смачивают с помощью пипеток сначала 0,2 мл 5 Н раствора едкого натра, а затем 0,4 мл раствора ацетата кадмия и глицерина. С помощью груши, надетой на выходной конец трубки, распределяют суспензию гидроокиси кадмия по поверхности стеклянной крошки.

Для отбора проб воздуха используют систему из двух трубок. Для этого выходное отверстие первой трубки соединяют встык с входным отверстием второй трубки с помощью отрезка резинового шланга диаметром 8 мм. Трубки закрывают заглушками. Подготовленные к отбору проб трубки сохраняются в течение 2—3 дней.

IV. Отбор пробы воздуха

12. 20 л воздуха со скоростью 2—5 л/мин аспирируют через систему из двух трубок в течение 4—10 мин. Объем исследуемого воздуха может быть меньше 20 л. Если в процессе аспирации воздуха появляется желтое окрашивание нижней зоны сорбента, свидетельствующее об относительно высокой концентрации сероводорода, отбор пробы прекращают.

При определении концентраций метилмеркаптана и сероводорода, значительно меньших ПДК рабочей зоны, можно увеличить скорость отбора проб до 10—15 л/мин.

В процессе отбора проб трубки защищают от света чехлами из черной бумаги или фольги и располагают вертикально, входным отверстием вниз.

Срок хранения отобранных проб в закрытых заглушками трубках в темноте 2 недели. Желательно хранить пробы в холодильнике.

V. Описание определения

13. Содержимое трубок анализируют отдельно. Перед анализом внешние стенки трубки протирают слегка увлаж-

ненной фильтровальной бумагой, затем сухой и помещают в пробирку отверстием вниз. Приливают в трубку 9,0 мл воды и 1,0 мл составного реактива. С помощью груши, надетой на конец трубки, перемешивают содержимое пробирки, несколько раз затягивая раствор из пробирки в трубку на возможно более высокий уровень и вытесняя раствор в пробирку. Через 30 мин. трубку вынимают из пробирки, вытеснив остатки раствора в пробирку, и измеряют оптическую плотность раствора в кювете с длиной слоя 2 см при 496 нм (со светофильтром № 5 на ФЭК-56 М) и при 675 нм (со светофильтром № 9) относительно нулевого раствора.

Одновременно проводят через ход определения «холостую» пробу.

Количество метилмеркаптана и сероводорода определяют с помощью калибровочных графиков по значениям разности оптических плотностей раствора пробы и холостого раствора при соответствующих длинах волн.

Для построения калибровочных графиков готовят шкалы стандартов.

Стандартная шкала для определения метилмеркаптана.

В колориметрические пробирки вносят стандартный раствор метилмеркаптида свинца № 2 в количествах, указанных в таблице 1, и доводят объем растворов до 9,0 мл водой.

Далее во все пробирки приливают по 0,4 мл раствора ацетата кадмия и глицерина, по 0,2 мл 5 Н раствора едкого натра и по 1,0 мл составного реактива, после чего растворы тщательно перемешивают и через 30 минут фотометрируют при 496 нм (со светофильтром № 5 на ФЭК-56 М) в кювете с длиной слоя 2 см относительно нулевого раствора.

Таблица 1

Шкала стандартов для определения метилмеркаптана

Реактив	Номера стандартов								
	0	1	2	3	4	5	6	7	8
Станд. р-р, содержащий 10 мкг/мл, CH_3SH, мл	0	0,1	0,2	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Вода, мл	9.0	8,9	8,8	8,5	8,0	7,0	6,0	5,0	4,0
Содержание CH_3SH, мкг	0	1,0	2,0	5,0	10,0	20,0	30,0	40,0	50,0

Стандартная шкала для определения сероводорода.

В колориметрические пробирки вносят стандартный раствор тиоацетамида № 2 в количествах, указанных в табл. 2, добавляют по 0,4 мл раствора ацетата кадмия и глицерина и доводят объем растворов до 9,4 мл водой.

Таблица 2

Шкала стандартов для определения сероводорода

Реактив	Номера стандартов								
	0	1	2	3	4	5	6	7	8
Станд. р-р тиоацетамида, соотв. содержанию 2 мкг/мл H_2S, мл	0	0,1	0,2	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0
Вода, мл	9,0	8,9	8,8	8,5	8,0	7,0	6,0	5,0	4,0
Содержание H_3S, мкг	0	0,2	0,4	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0

Затем во все пробирки приливают по 0,2 мл 5 Н раствора едкого натра, осторожно перемешивают содержимое и помещают пробирки на 5 минут в кипящую водяную баню. Пробирки охлаждают сначала под струей водопроводной воды, затем в течение 10 мин. в ледяной воде. Приливают к растворам по 1,0 мл составного реактива и встряхивают содержимое пробирок в течение минуты. Оптическую плотность растворов измеряют через 30 мин., после приведения температуры растворов к комнатной при 675 нм (со светофильтром № 9) в кюветах с длиной слоя 2 см относительно нулевого раствора. Окраска устойчива в течение рабочего дня.

На основании фотометрирования 5—6 шкал строят калибровочные графики для определения метилмеркаптана при 496 нм и для определения сероводорода при 675 и 496 нм. Необходимость построения двух калибровочных кривых для сероводорода связана с тем, что продукт взаимодействия диметил-пара-фенилендиамина с H_2S ($\lambda_{max}=675$ нм) частично поглощает свет в области максимального поглощения продукта с метилмеркаптаном (при 496 нм).

Расчет содержания метилмеркаптана и сероводорода в растворе пробы

Оптическая плотность раствора пробы, измеренная с СФ № 9 — D_x^9

Оптическая плотность раствора пробы, измеренная с СФ № 5 — D_x^5

По значению оптической плотности раствора пробы, измеренной со светофильтром № 9, D_x^9, с помощью кривой *1* сразу определяют содержимое сероводорода (см. рисунок).

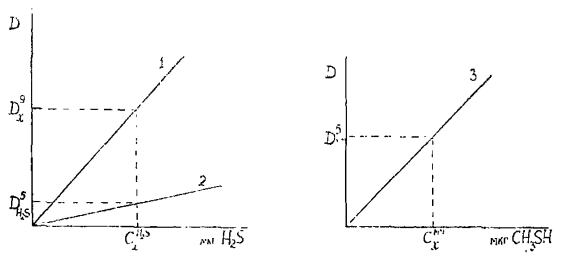


Рис. 2. Калибровочные графики для определения сероводорода со светофильтром № 9—1, со светофильтром № 5—2 и метилмеркаптана со светофильтром № 5—3

Одновременно с помощью кривой *2* определяют величину оптической плотности, соответствующую содержанию H_2S при 496 нм, $D^5_{H_2S}$. Эту величину вычитают из оптической плотности исследуемого раствора, измеренной со светофильтром № 5, D_x^5. Полученное значение оптической плотности D_x^5 (мм) $= D_x^5 - D^5_{H_2S}$ соответствует содержанию метилмеркаптана в пробе, которое находят с помощью кривой *3*.

В тех случаях, когда содержание H_2S в фотометрируемом объеме пробы превышает 10 мкг, для измерения метилмеркаптана и H_2S аликвотную часть пробы необходимо разбавить, соблюдая необходимую кислотность и концентрацию реагентов в конечном растворе.

Концентрацию метилмеркаптана и сероводорода в воздухе X в мг/м³ вычисляют по формулам:

$$X_{мм} = \frac{a_{мм}}{V_{20}}, \qquad X_{H_2S} = \frac{a_{H_2S}}{V_{20}},$$

где $a_{мм}$ — количество метилмеркаптана в пробе, мкг; a_{H_2S} — количество сероводорода в пробе, мкг; V — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к 20°С и 760 мм рт. ст., л.

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИМЕТИЛАМИНА В ВОЗДУХЕ

Название вещества, формула	Мол. вес	Температура кип., °С	Плотность	Растворимость		
				вода	спирт	эфир
Диметиламин $(CH_3)_2NH$	45,09	6,9	0,6804	легко растворим	растворим	растворим

Диметиламин выпускается в продажу в виде 30—33%-го водного раствора.

I. Общая часть

1. Определение основано на улавливании диметиламина в поглотительной трубке, внутренняя поверхность которой покрыта пленкой раствора серной кислоты и глицерина, элюировании образующейся соли диметиламина водой и реакции с 2,4-динитрохлорбензолом с образованием окрашенного в желтый цвет продукта.

2. Предел обнаружения при исследовании 400 л воздуха 0,0025 мг/м³.

3. Предел обнаружения 1 мкг в анализируемом объеме раствора.

4. Погрешность определения 5 мкг ДМА 10%.

5. Интервал определяемых концентраций при исследовании 400 л воздуха от 0,0025 мг/м³ до 0,1 мг/м³.

6. Определению мешают первичные и вторичные амины. Не мешают аммиак (до 5 мг в анализируемом объеме) и триметиламин.

7. Предельно допустимая концентрация диметиламина в воздухе рабочей зоны 1 мг/м³, в атмосферном воздухе 0,005 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

8. *Применяемые реактивы.*

Стандартный раствор диметиламина № 1. Готовят из продажного (обычно 30—33%-го) раствора. 0,5 мл его разбавляют водой в мерной колбе емкостью 250 мл. 5 мл получен-

ного раствора оттитровывают 0,01 Н раствором серной кислоты в присутствии метилового красного. 1 мл 0,01 Н раствора серной кислоты соответствует 0,45 мг диметиламина.

Стандартный раствор диметиламина с концентрацией 20 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением водой стандартного раствора № 1. Раствор устойчив в течение 1 рабочего дня.

Серная кислота, H_2SO_4, х. ч., ГОСТ 4204-66, d=1,84 и 0,01 н раствор.

Глицерин, ч. д. а., ГОСТ 6259-75.

Поглотительный раствор для обработки трубок, 5%-й по серной кислоте и 20%-й по глицерину. В мерную колбу емкостью 100 мл вливают около 50 мл воды и 2,7 мл концентрированной серной кислоты. Содержимое перемешивают, добавляют 20 мл глицерина и доводят раствор до метки водой.

Натрий углекислый безводный, Na_2CO_3, х. ч., ГОСТ 83-63, 8%-й раствор.

2,4-динитрохлорбензол ч., МРТУ 6-09-5609-68, 5%-й спиртовый раствор (растворяют при нагревании до 60—70° С).

Соляная кислота, х. ч., ГОСТ 3118-67, 5%-й раствор.

Ацетон, ч. д. а. или ч., ГОСТ 2603-71.

9. *Применяемые посуда и приборы.*

Сорбционные трубки для отбора проб воздуха. Трубки из стекла «Пирекс» диаметром 8—10 мм и длиной 180—200 мм, в которых между двумя шипообразными перегородками помещено 4—5 мл стеклянной крошки размером 3—5 мм.

Пробирки химические размером 16×150 мм.

Пипетки, ГОСТ 1770-74, емкостью 1, 2, 5 и 10 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50, 100, 250 мл с притертыми пробками.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 мл.

Колбы конические емкостью 150 мл.

Аспирационное устройство, обеспечивающее высокие скорости протягивания воздуха (например, электроаспиратор, мембранный компрессор типа МКЗР или установка компрессорная УК-25/1,6 с сухими реометрами).

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 М.

III. Подготовка сорбционных трубок к отбору проб воздуха

10. Трубки промывают с помощью водоструйного насоса или резиновой груши растворами обычных моющих средств, водопроводной, затем дистиллированной водой, после чего сушат при 120—170° С.

Слой стекла в трубке смачивают с помощью пипетки 0,4 мл поглотительного раствора. Закрытые заглушками трубки сохраняются до отбора проб в течение нескольких дней. Перед отбором пробы сорбционную трубку устанавливают вертикально, и верхний конец ее (свободный от стеклянной крошки) подсоединяют к электроаспиратору или к всасывающему отводу мембранного компрессора. Для поглощения диметиламина в концентрации до 0,1 мг/м^3 достаточно одной трубки.

IV. Отбор пробы воздуха

11. Для анализа воздуха рабочей зоны через 2 последовательно соединенные трубки протягивают 20 л воздуха со скоростью 2—5 л/мин. При исследовании атмосферных загрязнений воздух со скоростью 15—20 л/мин аспирируют через одну сорбционную трубку. Для определения 0,5 ПДК достаточно отобрать 400 л воздуха. Срок хранения отобранных проб в закрытых заглушками трубках — одна неделя.

V. Описание определения

12. Внешние стенки трубки протирают слегка увлажненной фильтровальной бумагой, затем сухой и помещают в пробирку входным отверстием вниз. Пробу смывают 3 мл воды с помощью пипетки, кончик которой касается внутреннего края трубки и перемещается в процессе смыва по окружности. Затем в трубку вносят 1 мл 8%-го раствора углекислого натрия и 0,5 мл 5%-го раствора 2,4-динитрохлорбензола. После прибавления каждого реактива несколько раз перемешивают содержимое пробирки. Для этого с помощью груши, надетой на конец трубки, осторожно затягивают раствор из пробирки в трубку на возможно более высокий уровень и вытесняют раствор в пробирку. Затем пробирку, не вынимая трубки, помещают в кипящую водяную баню на 15 мин.

После охлаждения раствора в трубку приливают 1 мл 5%го раствора соляной кислоты, перемешивают содержимое пробирки и вносят 2 мл ацетона. Раствор тщательно перемешивают, вынимают трубку, вытеснив грушей капли раствора в пробирку, после чего раствор фотометрируют при 436 нм в кювете с толщиной слоя 2 см относительно холостого раствора. Окраска устойчива в течение 3 суток.

Содержание диметиламина в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика в ряд пробирок вносят по 0,4 мл поглотительного раствора для обработки трубок и далее приливают реактивы согласно таблице.

Растворы шкалы обрабатывают аналогично пробе, измеряют оптическую плотность и по результатам фотометрирования 4—5 шкал строят график зависимости оптической полтности от содержания диметиламина.

Концентрацию диметиламина в воздухе X в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a}{V},$$

где a — количество диметиламина, найденное в пробе, мкг; V — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к температуре 20°С и давлению 760 мм рт. ст. при анализе воздуха производственных помещений и к нормальным условиям при анализе атмосферного воздуха.

Таблица

Шкала стандартов для определения диметиламина

Реактив	Номера стандартов							
	0	1	2	3	4	5	6	7
Станд. р-р ДМА 20 мкг/мл, мл	0	0,05	0,1	0,2	0,5	1,0	1,5	2,0
Вода, мл	3,0	2,95	2,9	2,8	2,5	2,0	1,5	1,0
Содержание ДМА, мкг	0	1,0	2,0	4,0	10,0	20,0	30,0	40,0

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ФЕНОЛА В ВОЗДУХЕ

Название вещества, формула	Молек. вес	Температура плавления, °С	Температура кипения, °С	Плотность	Растворимость	
					в воде	в спирте
Фенол C_6H_5OH	94,1	40,9	182,2	1,055 при (45°С)	8,3 г в 100 г (при 20 °С)	Хорошо растворим

I. Общая часть

1. Определение основано на поглощении фенола пленкой смеси растворов насыщенной щелочи и глицерина, элюировании ее раствором серной кислоты и последующем колориметрическом определении с 4-аминоантипирином.

2. Предел обнаружения 0,5 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения при исследовании 10 л воздуха 0,05 мг/м³, при исследовании 100 л воздуха 0,005 мг/м³.

4. Погрешность определения 1 мкг фенола составляет 8,3%, 15 мкг — 3,3%.

5. Диапазон измеряемых концентраций при исследовании 10 л воздуха от 0,05 до 1,5 мг/м³, при исследовании 100 л воздуха от 0,005 до 0,15 мг/м³.

6. Определению не мешают формальдегид (до 5 мг в пробе), ацетон, стирол, α-метилстирол. Мешающее влияние анилина устраняется в процессе отбора проб исследуемого воздуха.

II. Реактивы и аппаратура

7. *Применяемые реактивы и растворы.*

Фенол, ч., ГОСТ 6417-72, свежеперегнанный.

Стандартный раствор фенола № 1 готовят растворением в мерной колбе точной навески фенола в растворе тетраборнокислого натрия. Раствор устойчив в течение длительного времени.

Стандартный раствор № 2 с содержанием фенола 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением раствора № 1, свежеприготовленный.

Натрий тетраборнокислый $Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$, ч., ГОСТ 4199-66, 0,05 М раствор. 19,1 г реактива растворяют в 1 л дистиллированной воды.

4-аминоантипирин, ч. д. а., МРТУ 6-09-6449-69, 0,5%-й раствор. Сохраняется в течение 1 недели.

Калий железосинеродистый, х. ч., ГОСТ 4206-65, 1%-й раствор. Сохраняется в течение 1 недели.

Серная кислота, х. ч., ГОСТ 4204-66, 10%-й раствор.

Натрий едкий, х. ч., ГОСТ 4328-66, насыщенный раствор.

Глицерин, х. ч. или ч. д. а., ГОСТ 6259-75, 80%-й раствор.

Поглотительный раствор для обработки трубок, свежеприготовленный. Смешивают равные объемы насыщенного раствора щелочи и глицерина.

Спирт этиловый, ГОСТ 10749-64.

Тимолфталеин, ч. д. а., МРТУ 6-09-2724-65, 0,02%-й спиртовой раствор.

8. *Применяемые посуда и приборы.*

Сорбционные трубки для отбора проб воздуха. Трубки из стекла «Пирекс» диаметром 10 мм и длиной 150 мм, в которых между двумя перфорированными перегородками помещено 2 мл стеклянной крошки размером 2-3 мм.

Пробирки химические размером 15×150 мм.

Пробирки колориметрические с пришлифованными пробками размером 15×180 мм.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25, 50 и 1000 мл.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 100 и 1000 мл.

Пипетки, ГОСТ 1770-74, емкостью 1, 2, 5 и 10 мл.

Аспирационное устройство, обеспечивающее высокие скорости протягивания воздуха (например, электроаспиратор или установка компрессорная УК-25/1,6 с сухими реометрами).

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 М.

III. Подготовка сорбционных трубок к отбору проб воздуха

9. Трубки промывают с помощью водоструйного насоса или резиновой груши растворами обычных моющих средств, затем водопроводной и дистиллированной водой и сушат при температуре 120—150° С

Перед отбором проб воздуха слой стекла в трубке, поставленной входным отверстием вверх, смачивают 0,3 мл поглоти-

тельного раствора. Создавая при помощи резиновой груши с противоположного конца трубки разряжение, равномерно пропитывают носитель поглотительным раствором.

IV. Отбор проб воздуха

10. Для анализа воздуха производственных помещений через вертикально установленную сорбционную трубку аспирируют 10 л воздуха со скоростью 5 л/мин.

Для анализа атмосферного воздуха протягивают 100 л воздуха со скоростью 15—20 л/мин.

Срок хранения отобранных проб в трубках, закрытых полиэтиленовыми колпачками, 7 суток.

V. Описание определения

11. Сорбционную трубку помещают в пробирку входным отверстием вниз и элюируют исследуемое вещество 3 мл дистиллированной воды. Раствор тщательно перемешивают, многократно засасывая его с помощью резиновой груши в трубку и выдувая обратно в пробирку. Трубку оставляют в элюате на 20—30 мин.

Исследуемый раствор с помощью резиновой груши вытесняют из трубки, последнюю промывают 1 мл раствора серной кислоты, которую тщательно выдувают в ту же пробирку, и добавляют 1 каплю раствора тимолфталеина. При этом исследуемый раствор окрашивается в синий цвет. Затем по каплям прибавляют добавочное количество раствора серной кислоты до обесцвечивания, при этом pH раствора достигает 9,3. Общий объем исследуемой смеси доводят до 5 мл раствором тетраборнокислого натрия и прибавляют по 0,2 мл растворов 4-аминоантипирина и феррицианида калия, перемешивая содержимое пробирки после прибавления каждого из них. Через 30 мин. исследуемый раствор переливают в кювету фотоэлектроколориметра с длиной слоя 10 мм и измеряют оптическую плотность при длине волны 508 нм на фоне контроля.

Для приготовления контроля в пробирку помещают 0,6 мл поглотительного раствора и обрабатывают аналогично пробам ,взяв все необходимые реактивы в двойном объеме.

При появлении в исследуемых растворах незначительной мути их фильтруют через фильтр «синяя лента».

Таблица

Шкала стандартов для определения фенола

Реактив	Номера стандартов									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Стандартный раствор фенола № 2, мл	0	0,05	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,2	1,5
Раствор тетраборнокислого натрия, мл	5	4,95	4,9	4,8	4,6	4,4	4,2	4,0	3,8	3,5
Содержание фенола, мкг	0	0,5	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0	12.0	15,0

Далее во все пробирки шкалы добавляют по 0,2 мл растворов 4-аминоантипирина и феррицианида калия. Через 30 мин. измеряют оптическую плотность и строят калибровочный график. Шкалой стандартов можно пользоваться и для визуального определения. В этом случае ее готовят в колориметрических пробирках одновременно с пробами. Шкала стандартов устойчива в течение суток.

Концентрацию фенола в воздухе X в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a}{V},$$

где a — количество фенола, найденное в пробе, мкг; V — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к температуре 20° С и давлению 760 мм рт. ст. при анализе воздуха производственных помещений и к нормальным условиям при анализе атмосферного воздуха, л.

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНИЛИНА В ВОЗДУХЕ

Название вещества, формула	Молек. вес	Ткип. °С	Плотность	Растворимость	
				в воде	в спирте
Анилин $C_6H_5NH_2$	93,12	184,4	1,022 при 20°С	3,4 г в 100 г (при 20°С)	хорошо растворим

I. Общая часть

1. Определение основано на поглощении паров анилина пленкой серной кислоты, элюировании ее спиртом и последующем фотометрическом определении индофенола, образующегося в щелочной среде при окислении анилина хлорамином в присутствии фенола.

2. Предел обнаружения 0,5 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения при исследовании 10 л воздуха 0,05 мг/м^3.

4. Погрешность определения 0,5 мкг анилина составляет 10%, 10 мкг — 2,1%.

5. Диапазон измеряемых концентраций при исследовании 10 л воздуха от 0,05 мг/м^3 до 1 мг/м^3.

6. Другие первичные органические амины и аммиак мешают определению.

7. Предельно допустимая концентрация анилина в воздухе рабочей зоны 0,1 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. *Применяемые реактивы и растворы.*

Анилин, ч. д. а., ГОСТ 5819-70, свежеприготовленный.

Исходный стандартный раствор № 1 готовят растворением в мерной колбе точной навески анилина в 40%-м растворе спирта.

Стандартный раствор № 2 с содержанием 1 мг/мл готовят из исходного соответствующим разбавлением его 5%-м раствором спирта. Раствор устойчив в течение 3—5 сут.

Стандартный раствор № 3 с содержанием 10 мкг/мл готовят разбавлением в 100 раз стандартного раствора № 1 5%-м раствором спирта, свежеприготовленный.

Кислота серная, х. ч., ГОСТ 4204-66, 0,1 Н раствор.

Спирт этиловый, ГОСТ 1074-64, 40%-й и 5%-й растворы.

Хлорамин Б, ч., ТУ 6-09-3021-73, 6%-й раствор. Растворяют в воде при нагревании до 40—50°С, затем фильтруют. Наиболее воспроизводимые результаты получают с реактивом, хранившимся 1 месяц. Реактив пригоден для работы в течение года.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат), ч. д. а., ГОСТ 4215-66, 0,1 Н раствор.

Натрий едкий, х. ч., ГОСТ 4328-66, 6%-й раствор.

Фенол, ч., ГОСТ 6417-72, 60%-й раствор, готовят из свежеперегнанного бесцветного реактива.

9. *Применяемые посуда и приборы.*

Сорбционные трубки для отбора проб воздуха. Трубки из стекла «Пирекс» диаметром 10 мм и длиной 150 мм, в которых между двумя перфорированными перегородками помещено 2 мл стеклянной крошки размером 1—2 мм.

Пробирки химические размером 15×150 мм.

Пробирки колориметрические с пришлифованными пробками размером 15×180 мм.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 и 50 мл.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 100 и 1000 мл.

Пипетки, ГОСТ 1770-74, емкостью 1, 2, 5 и 10 мл.

Аспирационное устройство.

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 М.

III. Подготовка сорбционных трубок к отбору проб воздуха

10. Трубки промывают с помощью водоструйного насоса или резиновой груши растворами обычных моющих средств, затем водопроводной и дистиллированной водой и сушат при температуре 120—150°С.

Слой стекла в трубке, поставленной входным отверстием вверх, смачивают 0,2 мл 0,1 Н раствора серной кислоты. С помощью груши, надетой на входной конец трубки, равномерно распределяют поглотительный раствор по поверхности стеклянной крошки.

Для отбора проб используют систему из 2-х трубок. Для этого выходное отверстие первой соединяют встык с входным отверстием второй трубки с помощью отрезка резинового шланга.

IV. Отбор пробы воздуха

11. Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через систему из двух сорбционных трубок, расположенных вертикально входным отверстием вниз. Для определения 0,5 ПДК анилина в воздухе рабочей зоны достаточно отобрать 10 л исследуемого воздуха. Срок хранения отобранных проб в трубках, закрытых полиэтиленовыми колпачками, 7 суток.

V. Описание определения

12. Трубки анализируют отдельно. Их помещают в пробирки и элюируют исследуемое вещество 3 мл 5%-го раствора спирта. С помощью груши, надетой на трубку, осторожно перемешивают содержимое пробирки, засасывая раствор в трубку и вытесняя обратно в пробирку. Трубку оставляют в элюате на 10—15 мин. Затем исследуемый раствор тщательно вытесняют из трубки и добавляют к нему 0,5 мл раствора хлорамина. Точно через 5 мин вносят 0,1 мл раствора тиосульфата, 0,1 мл раствора едкого натра и 0,4 мл раствора фенола. Содержимое пробирки перемешивают и через 20 мин фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 10 мм при длине волны 630 нм по сравнению с контролем.

Содержание анилина в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику на основе шкалы стандартов, приготовленной согласно таблице.

Таблица

Шкала стандартов для определения анилина

Реактив	Номера стандартов							
	0	1	2	3	4	5	6	7
0,1 н раствор H_2SO_4, мл	по 0,2 мл во все пробирки							
Стандартный р-р анилина № 3, мл	0	0,05	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
5%-й раствор спирта, мл	2,8	2,75	2,7	2,6	2,4	2,2	2,0	1,8
Содержание анилина, мкг	0	0,5	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0

Растворы стандартной шкалы обрабатывают аналогично пробам .Шкалой стандартов можно пользоваться и для визуального определения. В этом случае ее готовят в колориметрических пробирках одновременно с пробами. Шкала стандартов устойчива в течение суток.

Концентрацию анилина в воздухе X в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a}{V_{20}},$$

где a — количество анилина, найденное в пробе по резуль-

татам анализа обеих трубок, мкг; V_{20} — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к температуре 20° С и давлению 760 мм рт. ст., л.

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИСТОГО ВОДОРОДА В ВОЗДУХЕ

Название вещества, формула	Мол. вес	Ткип., °С	Плотность, г/л	Растворимость в г на 100 г				
				в воде		в орг. растворителях		
				0°С	60°С	Спирт	Эфир	Бензол
Хлористый водород HCl	36,46	—85,1	1,639	82,3	56,1	Весьма раствори́м	Раствори́м	Раствори́м

I. Общая часть

1. Определение основано на улавливании хлористого водорода пленкой раствора соды и глицерина, нанесенной на внутреннюю поверхность сорбционных трубок, элюировании пленки водой и измерении интенсивности помутнения элюатов после обработки их раствором нитрата серебра.

2. Предел обнаружения 5 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения при исследовании 100 л воздуха 0,05 мг/м^3.

4. Погрешность определения 20 мкг 14%.

5. Интервал определяемых концентраций при исследовании 100 л воздуха от 0,05 до 0,5 мг/м^3.

6. Бромистый и йодистый водород, сероводород, синильная кислота и их соли мешают определению.

7. Предельно допустимая концентрация хлористого водорода в воздухе рабочей зоны 5 мг/м^3, в атмосферном воздухе—0,2 мг/м^3 (максимальное разовая и среднесуточная).

II. Реактивы и аппаратура

8. *Применяемые реактивы и растворы.*

Дистиллированная вода или деионизованная вода, свободная от хлор-ионов.

Калий хлористый, KCl, х. ч., ГОСТ 4234-69.

Стандартный раствор № 1 с содержанием 100 мкг/мл хлор-иона готовят растворением 0,0204 г хлористого калия в мерной колбе емкостью 100 мл.

Стандартный раствор № 2, содержащий 10 мкг/мл хлор-иона, готовят разбавлением стандартного раствора № 1 в 10 раз.

Натрий углекислый, Na_2CO_3, х. ч., ГОСТ 84-66.

Глицерин, х. ч. или ч. д. а., ГОСТ 6259-75.

Поглотительный раствор для обработки трубок. 10 г углекислого натрия растворяют в мерной колбе емкостью 100 мл примерно в 50 мл воды, приливают 20 мл глицерина и доводят объем до метки водой.

Серебро азотнокислое, $AgNO_3$, х. ч., ГОСТ 1277-63, 1%-й раствор. Хранят в темной склянке.

Кислота азотная, HNO_3, х. ч. ГОСТ 4461-67, 10%-й раствор.

9. *Применяемые посуда и приборы.*

Сорбционные трубки для отбора проб воздуха. Трубки из стекла «Пирекс» диаметром 8—10 мм и длиной 18—20 см, в которых между двумя шипообразными перемычками со стороны входного отверстия помещено 4 мл стеклянной крошки размером 2—5 мм.

Пробирки химические размером 16×150 мм.

Пробирки колориметрические с пришлифованными пробками размером 15×160 мм.

Пипетки. ГОСТ 1770-74, емкостью 1,0, 5,0 10,0 мл.

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, емкостью 100 мл.

Аспирационное устройство, обеспечивающее высокие скорости протягивания воздуха (например, электроаспиратор, мембранный компрессор для зубоврачебных работ типа МКЗР или установка компрессорная УК-25/1,6 с сухими реометрами).

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 М.

III. Подготовка сорбционных трубок к отбору проб воздуха

10. Новые трубки помещают в высокий стакан, заливают 10—20%-м раствором соды и кипятят в течение 30 мин. Затем с помощью водоструйного насоса или резиновой груши промывают сначала водопроводной водой затем дистиллиро-

ванной и бидистиллированной, после чего сушат при температуре 120—150° С.

После анализа, трубки промывают водопроводной водой, затем дистиллированной и сушат. Степень чистоты трубок проверяют, анализируя последние промывные воды на ион хлора, описанным ниже способом.

Слой стекла в трубке, поставленной входным отверстием вверх, смачивают 0,4 мл поглотительного раствора с помощью пипетки. Для отбора проб используют систему из двух трубок. Для этого выходное отверстие первой трубки соединяют встык с входным отверстием второй трубки с помощью отрезка резинового шланга диаметром 8 мм. Трубки закрывают заглушками. Отрезки резиновых трубок и заглушки должны быть тщательно промыты и высушены.

Подготовленные к отбору проб трубки сохраняются в течение нескольких дней.

IV. Отбор пробы воздуха

11. Воздух производственных помещений со скоростью 1—2 л/мин протягивают через две последовательно соединенные трубки. Для определения 0,5 ПДК достаточно отобрать 10 л воздуха.

Для анализа атмосферных загрязнений воздух со скоростью 5—15 л/мин аспирируют через одну сорбционную трубку. Для определения 0,5 ПДК достаточно отобрать 100 л воздуха.

В процессе отбора проб трубки располагают вертикально, входным отверстием вниз. Срок хранения отобранных проб в закрытых заглушками трубках 7 дней.

V. Описание определения

12. Содержимое трубок анализируют отдельно. Перед анализом, внешние стенки трубки протирают слегка увлажненной фильтровальной бумагой, затем сухой и помещают в пробирку входным отверстием вниз. Пробу смывают 5,0 мл воды с помощью пипетки, кончик которой касается внутреннего края трубки и перемещается по окружности. С помощью груши, надетой на трубку, осторожно перемешивают содержимое пробирки, затягивая раствор в трубку на возможно более высокий уровень и вытесняя его в пробирку. Затем в

трубку, находящуюся в пробирке, приливают 1 мл 10%-й азотной кислоты и 1,0 мл раствора нитрата серебра. Повторяют операцию перемешивания раствора, после чего приподнимают трубку над уровнем жидкости и вытесняют грушей остатки раствора в пробирку. Через 10 мин. после прибавления реактивов измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 364 нм в кювете с длиной слоя 1 см относительно холостого раствора, который готовят аналогично пробам.

Содержание хлористого водорода в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице.

Растворы шкалы обрабатывают аналогично пробе, измеряют оптическую плотность и строят график. Шкалой стандартов можно пользоваться для визуального определения. Ее готовят одновременно с пробами в колориметрических пробирках. Шкала стандартов неустойчива.

Таблица

Шкала стандартов для определения хлористого водорода

Реактив	Номера стандартов							
	0	1	2	3	4	5	6	7
Станд. р-р с содерж. Cl 10 мкг/мл, мл	0	0,5	1,0	1,5	2,0	3,0	4,0	5,0
Вода, мл	5,0	4,5	4,0	3,5	3,0	2,0	1,0	0
Раствор для обработки трубок	по 0,4 мл во все пробирки							
Содержание хлориона, мкг	0	5,0	10,0	15,0	20,0	30,0	40,0	50,0

Концентрацию хлористого водорода в воздухе X в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a}{V},$$

где a — количество вещества, найденное в пробе по результатам анализа обеих трубок, мкг; V — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к температуре 20° С и давлению 760 мм рт. ст. при анализе воздуха производственных помещений и к нормальным условиям при анализе атмосферного воздуха, л.

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ БРОМИСТОГО ВОДОРОДА В ВОЗДУХЕ

Бромистый водород — бесцветный газ с резким запахом, на воздухе дымит вследствие образования аэрозоля бромистоводородной кислоты.

Название вещества, формула	Мол. вес	Температура кип., °С	Плотность, г/л	Растворимость в г на 100 г		
				в воде		в спирте
				0°С	100°С	
HBr	80,92	—66,6	3,664	221	130	растворим

I. Общая часть

1. Метод основан на улавливании бромистого водорода пленкой раствора соды и глицерина, нанесенной на внутреннюю поверхность сорбционных трубок, элюировании пленки водой и определения йонов брома по реакции с роданидом ртути и трехвалентным железом.

2. Предел обнаружения 3 мкг в анализируемом объеме.

3. Предел обнаружения при исследовании 200 л воздуха составляет 0,015 мг/м³, 5 л — 0,6 мг/м³.

4. Погрешность определения при содержании 10 мкг и 100 мкг не превышает 15% и 5% соответственно.

5. Диапазон определяемых концентраций при исследовании 5 л воздуха от 0,6 до 30 мг/м³, при исследовании 200 л воздуха от 0,015 мг/м³ до 0,75 мг/м³.

6. Хлористый и йодистый водород реагируют аналогично и могут быть определены в воздухе этим методом.

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе производственных помещений 10 мг/м³. Предельно допустимая концентрация в атмосферном воздухе не установлена.

II. Реактивы и аппаратура

8. *Применяемые реактивы и растворы.*

Дистиллированная или деионизованная вода, свободная от хлор и бром-ионов.

Стандартный раствор № 1 с содержанием бром-иона 100 мкг/мл готовят растворением 0,1489 г бромистого калия в мерной колбе емкостью 1 л.

Стандартный раствор № 2, содержащий 10 мкг/мл, готовят разбавлением раствора № 1 в 10 раз.

Натрий углекислый, Na_2CO_3, х. ч., ГОСТ 84-66.

Глицерин, х. ч. или ч. д. а., ГОСТ 6259-75.

Раствор для смачивания носителя в сорбционных трубках: 3 г углекислого натрия растворяют в 50 мл воды, добавляют 50 мл глицерина и перемешивают.

Калий бромистый, KBr, х. ч., ТУ 6-09-476-70.

Спирт этиловый, C_2H_5OH, ректификат.

Азотная кислота, HNO_3, d=1,4, ГОСТ 5.1187-72.

Ртуть роданистая окисная, $Hg(SCN)_2$, ТУ 305-51, спиртовый раствор. 0,2 г роданида ртути растворяют в 100 мл этилового спирта. Спустя сутки раствор отфильтровывают через воронку с пористой пластинкой. Раствор устойчив в течение 14 дней.

Железоаммонийные квасцы $(NH_4)_2SO_4 \cdot Fe_2(SO_4)_3 \cdot 24H_2O$, 0,25 Н раствор, 61 г квасцов вносят в колбу, добавляют 100 мл воды и 310 мл азотной кислоты. Раствор фильтруют через воронку с пористой пластинкой № 4 в мерную колбу емкостью 500 мл и доливают водой до метки.

9. *Применяемые посуда и приборы.*

Сорбционные трубки для отбора проб воздуха. Трубки из стекла «Пирекс» диаметром 8—10 мм и длиной 180—200 мм, в которых между двумя шипообразными перемычками помещено 4 мл стеклянной крошки размером 2—5 мм.

Пробирки химические размером 16×150 мм.

Пипетки, ГОСТ 1770-74, емкостью 1,0, 2,0, 5,0, 10,0 мл.

Мерные колбы, ГОСТ 1770-74, емкостью 100, 500 и 1000 мл.

Воронка с пористой пластинкой № 4.

Воронка Бюхнера.

Электроаспиратор или аспирационное устройство, обеспечивающее высокие скорости протягивания воздуха (например, электроаспиратор, мембранный компрессор для зубоврачебных работ типа МКЗР или установка компрессорная УК-25/1,6, снабженные сухими реометрами).

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 М.

III. Подготовка сорбционных трубок к отбору проб воздуха

10. Новые трубки помещают в высокий стакан, заливают 10—20%-м раствором соды и кипятят в течение 30 мин. Затем с помощью водоструйного насоса или резиновой груши промывают трубки сначала водопроводной водой, затем дистиллированной и бидистиллированной, после чего сушат при температуре 120—150°С.

После анализа трубки промывают водопроводной водой, затем дистиллированной и сушат. Степень чистоты трубок оценивают, анализируя последние промывные воды на ион брома, как описано ниже.

Слой стеклянной крошки в трубке, поставленной входным отверстием вверх, смачивают с помощью пипетки 0,4 мл раствора углекислого натрия и глицерина.

Подготовленные к отбору проб трубки, закрытые глушками или полиэтиленовыми колпачками, сохраняются в течение недели.

IV. Отбор пробы воздуха

11. Воздух со скоростью 1—2 л/мин аспирируют через 2 последовательно соединенные трубки, смоченные смесью раствора углекислого натрия и глицерина. Для определения достаточно отобрать 5 л воздуха.

Для определения ультрамалых концентраций бромистого водорода через одну трубку аспирируют воздух со скоростью 10—20 л/мин.

V. Описание определения

12. Содержимое трубок анализируют отдельно.

Перед анализом внешние стенки трубки протирают слегка увлажненной фильтровальной бумагой, затем сухой и помещают в пробирку, входным отверстием вниз.

В пробирку через трубку приливают 9,6 мл воды. С помощью груши, надетой на трубку, перемешивают содержимое пробирки, осторожно затягивая раствор в трубку на возможно более высокий уровень и вытесняя его в пробирку.

Выдерживают трубку в растворе в течение 5 мин., после чего повторяют несколько раз операцию перемешивания и

вынимают трубку из пробирки. Отбирают в колориметрическую пробирку 5,0 мл полученного раствора, добавляют 0,5 мл раствора железоаммонийных квасцов, 0,4 мл раствора роданида ртути и тщательно перемешивают содержимое. Через 10 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 480 нм (со светофильтром № 5) в кювете с длиной слоя 10 мм относительно холостого раствора, который готовят аналогично пробе.

При определении ультрамалых концентраций бромистого водорода трубку помещают в пробирку, смывают пробу 4,6 мл воды и перемешивают содержимое. Затем в трубку добавляют 0,5 мл раствора квасцов, 0,4 мл раствора роданида ртути и перемешивают полученный раствор с помощью груши, надетой на конец трубки. Через 10 мин повторяют перемешивание, вынимают трубку из пробирки и фотометрируют раствор, как описано выше.

Содержание бромистого водорода в фотометрируемом объеме пробы определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице.

Таблица

Шкала стандартов для определения бромистого водорода

Реактив	Номера стандартов									
	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Станд. р-р, содерж. 10 мкг/мл Br, мл	0	0,3	0,5	1,0	2,0	4,0				
Станд. р-р, содерж. 100 мкг/мл Br, мл							0,6	0,8	1,0	1,5
Раствор углекислого натрия и глицерина, мл	по 0,4 мл во все пробирки									
Вода, мл	4,6	4,3	4,1	3,6	2,6	0,6	4,0	3,8	3,6	3,1
Содержание бромистого водорода, мкг	0	3,0	5,0	10,0	20,0	40,0	60,0	80,0	100,0	150,0

Все растворы шкалы обрабатывают и фотометрируют аналогично пробам. Строят график зависимости оптической плотности от содержания бром-иона.

Концентрацию бромистого водорода в воздухе X в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a \cdot в}{C \cdot V},$$

где а — количество бромистого водорода, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг; b — общий объем пробы, мл; С — объем пробы, взятой для анализа, мл; V — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к температуре 20° С и давлению 760 мм рт. ст. при анализе воздуха производственных помещений и приведенный к нормальным условиям при анализе атмосферного воздуха, л.

ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОЗОНА В ВОЗДУХЕ

Название вещества, формула	Молек. вес	Температура кип., °С	Плотность	Растворимость в г/л			
				в воде		в орг. растворителях	
				0°С	20°С	уксусная к-та	четыреххлорист. углерод
Озон O_3	48	—111,5	2,144 (при 0°С)	0,0394	0,0210	хорошо растворим	хорошо растворим

I. Общая часть

1. Определение основано на поглощении озона пленкой уксуснокислого раствора эвгенола с последующей индикацией образующегося формальдегида.

2. Предел обнаружения 0,58 мкг озона в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения при исследовании 30 л воздуха 0,04 мг/м³.

4. Погрешность определения от 0,57 до 14 мкг озона не превышает 8,9%.

5. Диапазон измеряемых концентраций при исследовании 30 л воздуха от 0,04 мг/м³ до 1,0 мг/м³.

6. Определению не мешает двуокись азота, мешает формальдегид.

7. Предельно допустимая концентрация озона в воздухе рабочей зоны 0,1 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

8. *Применяемые реактивы и растворы.*

Формалин, 40%-й раствор, СТУ 43-182-61. Точное содержание формальдегида определяют титриметрически.

Стандартный раствор № 1, содержащий 1 мг/мл формальдегида. Раствор № 1 устойчив длительное время.

Стандартный раствор № 2 и № 3, содержащий 10 мкг/мл и 1 мкг/мл формальдегида, готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1. Растворы № 2 и № 3 готовят непосредственно перед употреблением.

Кислота уксусная, ледяная, х. ч., ГОСТ 61-75.

4-аллил-2-метоксифенол (эвгенол), 10%-й уксуснокислый раствор.

Кислота серная, х. ч., ГОСТ 4204-66, 3 Н раствор.

Изопропиловый спирт, х. ч., ТУ 6-09-402-75.

Фенилгидразин солянокислый, ч. д. а., ГОСТ 5834-73, 5%-й раствор, свежеприготовленный.

Феррицианид калия, х. ч., ГОСТ 4206-48, 1%-й раствор.

Едкий натр, х. ч., ГОСТ 4328-66, 10%-й раствор.

9. *Применяемые посуда и приборы.*

Сорбционные трубки для отбора проб воздуха. Трубки из стекла «Пирекс» диаметром 10 мм, длиной 200 мм, в которые помещено по 2 мл стеклянной крошки размером 1—2 мм между двумя перфорированными перегородками.

Поглотительные приборы Рыхтера длиной 170 мм, диаметром 20 мм.

Пробирки химические размером 15×100 мм.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 и 50 мл.

Пипетки, ГОСТ 1770-74, емкостью 1, 2, 5 и 10 мл.

Аспирационное устройство, обеспечивающее высокие скорости протягивания воздуха (например, электроаспиратор, мембранный компрессор для зубоврачебных работ типа МКЗР или установка компрессорная УК-25/1,6 с сухими реометрами).

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 М.

III. Подготовка сорбционных трубок к отбору проб воздуха

10. Трубки промывают с помощью водоструйного насоса или резиновой груши растворами обычных моющих средств, затем водопроводной и дистиллированной водой. После чего сушат при температуре 120—150° С.

Слой стекла в вертикально поставленной входным отверстием вверх сорбционной трубке смачивают 0,15 мл уксуснокислого раствора эвгенола. С помощью груши, надетой на входной конец трубки, равномерно распределяют раствор по поверхности стеклянной крошки. Обработанная сорбционная трубка сохраняется в течение 1 суток и служит для одноразового отбора пробы воздуха. Трубку соединяют с двумя последовательно соединенными поглотительными приборами, содержащими по 6 мл дистиллированной воды.

IV. Отбор проб воздуха

11. Воздух со скоростью 3 л/мин протягивают через сорбционную трубку, установленную вертикально входным отверстием вниз, соединенную с поглотительными приборами.

Для определения 0,5 ПДК озона в воздухе рабочей зоны достаточно отобрать 30 л воздуха. (Поглотители следует анализировать в день отбора пробы).

V. Описание определения

12. Из каждого поглотительного прибора вносят по 3 мл пробы в колориметрические пробирки, прибавляют по 0,1 мл серной кислоты, 2 мл изопропилового спирта и, предварительно перемешав, по 0,2 мл солянокислого фенилгидразина. Содержимое пробирок встряхивают и оставляют на 15 мин. Затем добавляют по 0,3 мл феррицианида калия, перемешивают и снова оставляют на 15 мин. Добавляют 1 мл едкого натра, встряхивают и через 10 минут фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 10 мм при длине волны 520 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам. Соблюдение сроков внесения реактивов обязательно.

Содержание формальдегида в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному графику на основе шкалы стандартов, приготовленной согласно таблице.

Таблица

Шкала стандартов для определения формальдегида

Реактив	Номера стандартов						
	0	1	2	3	4	5	6
Стандартный раствор, сод. формальдегида 1 мкг/мл, мл		0,2	0,5				
Стандартный раствор, сод. формальдегида 10 мкг/мл, мл				0,1	0,2	0,3	0,5
Вода, мл	3,0	2,8	2,5	2,9	2,8	2,7	2,5
Содержание формальдегида, мкг	0	0,2	0,5	1.0	2,0	3,0	5,0

Концентрацию озона в воздухе X в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a \cdot в \cdot 1{,}6 \cdot 1{,}77}{C \cdot V_{20}},$$

где a — количество формальдегида, найденное в анализируемом объеме, мкг; b — общий объем исследуемого раствора, мл; C — количество исследуемого раствора, взятое для анализа, мл; 1,6 — количество озона, соответствующее 1 мкг формальдегида, мкг; 1,77 — полнота определения озона, установленная экспериментально; V_{20} — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к температуре 20° C и давлению 760 мм рт. ст., л.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение 3
Фотометрическое определение меркаптанов в воздухе . . . 5
Раздельное фотометрическое определение метилмеркаптана и сероводорода при совместном присутствии в воздухе 13
Фотометрическое определение диметиламина в воздухе . . . 21
Фотометрическое определение фенола в воздухе 25
Фотометрическое определение анилина в воздухе 28
Фотометрическое определение хлористого водорода в воздухе . 32
Фотометрическое определение бромистого водорода в воздухе . 36
Фотометрическое определение озона в воздухе 40

Сдано в набор 8.02.80. Подписано к печати 4.11.80. М-17045.
Формат 60×84¹/₁₆. Бумага типографская. Гарнитура литературная.
Печать высокая. Объем 3 п. л. Тираж 295. Заказ 1556. Бесплатно.
Ленинградский научно-исследовательский институт гигиены труда
и профессиональных заболеваний
193036, Ленинград, С-36, 2 Советская ул., 4

СППО-2 Ленуприздата, Парголово, ул. Ломоносова, д. 115

ПРИЛОЖЕНИЕ

к Положению о порядке внедрения достижений медицинской науки в практику здравоохранения

ОТРЫВНОЙ ЛИСТ УЧЕТА ИСПОЛЬЗОВАНИЯ МЕТОДОВ ПРОФИЛАКТИКИ, ДИАГНОСТИКИ И ЛЕЧЕНИЯ

Направить по подчиненности

1. Методические рекомендации «Методы определения вредных веществ в воздухе, основанные на применении пленочных сорбентов».
2. Утверждены заместителем министра здравоохранения РСФСР К. И. Акуловым 14 января 1980 г.

3. _____
(кем и когда получены)

4. Количество лечебно-профилактических учреждений, которые внедрили методы профилактики, диагностики и лечения, предложенные данным документом _____

5. Формы внедрения (семинары, подготовка и переподготовка специалистов, сообщения и пр.) и результаты применения метода (количество наблюдений за 1 год и эффективность) _____

6. Замечания и пожелания (тест) _____

Заполняется учреждением, применившим метод

Подпись _____
(должность, ф., и., о. лица, заполнившего карту)

gost.e-ecolog.ru