ИНФОРМАЦИОННО-ИЗДАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР ГОСКОМСАНЭПИДНАДЗОРА РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Выпуск 23/1

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДЕНО
Заместителем Главного
государственного
санитарного врача СССР
А.И.Заиченко
"12" декабря 1988г.
N 4820-88

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по фотометрическому измерению концентраций формальдегида в воздухе рабочей зоны при использовании фенолформальдегидных смол

HCOH

М.м. 30,02

Формальдегид — газ, хорошо растворяется в воде, спирте, эфире, $T_{кип.}$ 21°С.

Обладает раздражающим и общетоксическим действием, является сильным аллергеном.

ПДК в воздухе при использовании фенолформальдегидных смол 0,05 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на последовательном взаимодействии формальдегида с солянокислым фенилгидразином и диазотированной сульфаниловой кислотой с последующим фотометрическим измерением окрашенного продукта реакции при 540 нм.

Отбор проб проводится с концентрированием в воду.

Нижний предел измерения формальдегида в анализируемом объеме пробы 0,2 мкг.

Нижний предел измерения формальдегида в воздухе 0,025 мг/м^3 (при отборе 8 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций формальдегида в воздухе от 0,025 до 0,5 мг/м^3.

Измерению не мешают фенол, метанол.

Суммарная погрешность измерения не превышает 25%.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, 1 час.

Приборы, аппаратура, посуда

Фотоэлектроколориметр.

Аспирационное устройство.

Поглотительные сосуды Петри.

Пробирки с пришлифованными пробками, ГОСТ 10515-75, вместимостью 15 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1, 2, 5, 10 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25, 50, 100 мл.

Колбы конические, Гост 10394-72, вместимостью 200 мл.

Стаканы химические, ГОСТ 25336-82, вместимостью 50 мл.

Реактивы, растворы и материалы

Формалин, ГОСТ 1625-75.

Соляная кислота, ГОСТ 3118-77, х.ч., 10% раствор.

Гидроксид натрия, ГОСТ 4328-77, х.ч., 20% раствор.

Тиосульфат натрия, ТУ 6-09-2540-72, 0,1 н раствор.

Йод, ТУ 6-09-2540-72, 0,1 н раствор.

Фенилгидразин гидрохлорид, ГОСТ 5834-52, ч.д.а., 0,05% раствор; 0,05 г реактива растворяют в небольшом количестве воды и доводят до 100 мл водой.

Уксусная кислота, ГОСТ 61-75, х.ч.

Сульфаниловая кислота, ГОСТ 5821-51, х.ч.

Карбонат натрия, ГОСТ 83-79, х.ч., 20% раствор.

Нитрит натрия, ГОСТ 4197-66, х.ч., 20% раствор, свежеприготовленный.

Диазотированная сульфаниловая кислота, 1% раствор в водном растворе уксусной кислоты 1:1. Для приготовления диазотирован-

ной сульфаниловой кислоты с 60 мл воды, нагревают до кипения и по каплям прибавляют 20% раствор карбоната натрия до растворения кислоты. Жидкость фильтруют, к фильтрату добавляют 10 мл концентрированной серной кислоты. После охлаждения вводят 30 мл 20% раствора нитрита натрия и перемешивают. Выпавший осадок диазотированной сульфаниловой кислоты через 1 час отфильтровывают и промывают водой.

Основной раствор формальдегида. В мерную колбу вместимостью 100 мл приливают 2 мл формалина, доводят объем до метки дистиллированной водой и определяют содержание формальдегида в этом растворе. Для этого в коническую колбу с притертой пробкой наливают 15 мл воды, вносят точно 1 мл исходного раствора формальдегида, приливают 10 мл 0,1 н раствора йода и по каплям, осторожно перемешивая, вносят 20% раствор 1 гидроксида натрия до появления устойчивой бледно-желтой окраски. Колбу ставят на 10 минут в темное место, затем приливают 5 мл 10% соляной кислоты, снова оставляют на 10 минут и оттитровывают избыток йода 0,1 н раствором тиосульфата натрия. Когда раствор станет светло-желтым, вносят 0,5 мл 1% раствора крахмала и титруют до обесцвечивания раствора. Одновременно с пробой исходного раствора формальдегида ставят контрольный опыт. По разности между количеством тиосульфата, израсходованного на контрольное титрование и титрование раствора формальдегида вычисляют количество йода, которое пошло на окисление формальдегида; 0,1 мл 0,1 н раствора йода соответствует 1,5 мг формальдегида. Раствор устойчив в течение месяца.

Стандартный раствор N 1, содержащий 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением основного раствора водой.

Стандартный раствор N 2, содержащий 1 мкг/мл, готовят разбавлением раствора N 1 в 10 раз водой.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 0,5 л/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных сосуда, содержащих по 2 мл воды. Для измерения 1/2 ПДК достаточно отобрать 8 л воздуха. Срок хранения проб 1 день (в темном месте).

Подготовка к измерению

Градуировочные растворы готовят согласно таблице 26.

Во все пробирки добавляют по 0,5 мл 0,05% раствора фенилгидразина солянокислого, через 15 мин вносят 10 мл уксусной кислоты, 0,5 мл 1% раствора диазотированной сульфаниловой кислоты в водном растворе уксусной кислоты 1:1. Пробы интенсивно перемешивают, через 5 минут добавляют 1,5 мл серной кислоты, перемешивают и измеряют оптическую плотность окрашенных растворов при длине волны 540 нм в кювете с толщиной поглощающего слоя 3 см по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (раствор N 1 по таблице). Окраска растворов устойчива в течение часа.

Таблица 26

Шкала градуировочных растворов

N стандарта	Стандартный р-р формальдегида N 2, мл	Стандартный р-р формальдегида N 1, мл	Вода, мл	Содержание формальдегида в град. р-ре, мкг
1	0,0	-	2,00	0,0
2	0,2	-	1,75	0,2
3	0,5	-	1,50	0,5
4	1,0	-	1,00	1,0
5	-	0,2	1,80	2,0
6	-	0,3	1,70	3,0
7	-	0,4	1,60	4,0
8	-	0,5	1,50	5,0

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс — соответствующие им величины содержания вещества в градуировочном растворе (в мкг). Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в три месяца или в случае использования новой партии реактивов.

Проведение измерения

В каждый поглотительный сосуд с отобранной пробой добавляют по 0,5 мл 0,05% раствора солянокислого фенилгидразина, через 15 мин растворы сливают в отдельные пробирки, добавляют по 10 мл уксусной кислоты и далее пробы обрабатывают аналогично градуировочным растворам. Измеряют оптическую плотность растворов по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Количественное определение содержания формальдегида проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

Концентрацию формальдегида (С) в воздухе (в мг/мл^3) вычисляют по формуле:

$$C = (а * в) / (б * V), \text{ где}$$

а — количество формальдегида, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

б — объем пробы, взятый для анализа, мл;

в — общий объем раствора пробы, мл;

V — объем воздуха, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям, л (см. Приложение 1).

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = [V * (273 + 20) * P] / [(273 + t^{O}) * 101{,}33],$$ где

V — объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P — барметрическое давление, кПА (101,33 кПа = 760 мм рт. ст.)

t — температура воздуха в месте отбора пробы, ^{O}C.

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

Коэффициент К для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°С	Давление Р, кПа (мм рт. ст.)				
	97,33 (730)	97,86 (734)	98,4 (738)	98,93 (742)	99,46 (746)
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458
-18	1,1036	1,1097	1,1159	1,1218	1,1278
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0986
-06	1,0640	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772
-02	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535
+02	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459
+06	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309
+10	0,9944	0,9990	1,0054	1,0108	1,0162
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9880	0,9884
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	0,9816
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9955
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9432
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248

°C	Давление Р, кПа (мм рт. ст.)				
	100 (750)	100,53 (754)	101,06 (758)	101,33 (760)	101,86 (764)
-30	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-26	1,1705	1,1763	1,1831	1,1862	1,1925
-22	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-18	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551
-14	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
-10	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
-06	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
-02	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+02	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+06	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+24	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+26	0,9669	0,9721	0,9773	0,9755	0,9851
+28	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9542	0,9594	0,9646	0,9670	0,9723
+34	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

gost.e-ecolog.ru