Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

(переработанные и дополненные технические условия, ВЫПУСКИ № 6-7)

Москва, 1982 г.

gost.e-ecolog.ru

Сборник методических указаний составлен на основе ранее опубликованных выпусков технических условий №№ 6-7. Включенные в сборник методики переработаны в соответствии с требованиями ГОСТ"а I2.1.005-76. Некоторые устаревшие методики заменены новыми.

Настоящие Методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле и имеют ту же юридическую силу, что и Технические условия.

Методические указания подготовлены сотрудниками лабораторий санитарно-химических методов исследования Института гигиены труда и профессиональных заболеваний АМН СССР.

Редакционная коллегия: М.Д.Бабина, С.И.Муравьева, Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

Утверждаю
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР
_____ А.И.Заиченко
"12" июня 1982г.
№ 2524

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ КРОТОНОВОГО АЛЬДЕГИДА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

$CH_3-CH=CH-CHO$ M = 70,09

I. Характеристика метода

Определение основано на реакции азосочетания кротонового альдегида с диазотированной сульфаниловой кислотой в кислой среде с образованием красителя желтого цвета.

Отбор проб проводится с концентрированием на силикагель.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - I мкг.

Предел измерения в воздухе - 0,I мг/м^3 (при отборе I0 л).

Диапазон измеряемых концентраций 0,I-I,4 мг/м^3.

Определению не мешают формальдегид, кетоны, окислы азота. Ацетальдегид, бензальдегид, пропионовый, масляный, изовалериановый и коричный альдегиды не мешают определению до 50 мкг.

Акролеин мешает определению. Поэтому для определения кротонового альдегида, в присутствии акролеина следует пользоваться методикой с предвари-

тельным разделением производных этих альдегидов в тонком слое силикагеля в системе этиловый спирт - хлороформ (I:4), в которой величина R_f кротонового альдегида равна 0,43. Методика опубликована в IX выпуске ТУ.

Границы погрешности измерения кротонового альдегида ±9,5%.

Предельно допустимая концентрация кротонового альдегида в воздухе - 0,5мг/м³.

2. Реактивы и растворы

Кротоновый альдегид, ТУ 6I -244-69, ч., свежеперегнанный.

Основной раствор кротонового альдегида. Готовят растворением точной навески в мерной колбе на 25мл в разбавленной соляной кислоте (I:300).

Стандартный раствор кротонового альдегида с содержанием I0 мкг/мл. Готовят соответствующим разбавлением основного раствора перед употреблением.

Кислота соляная, ГОСТ 3II8-67, разбавленная водой в отношении I:4 и I:300.

Кислота серная, ГОСТ 4204-66, разбавленная водой в отношении I:4.

Натрий азотистокислый, ГОСТ 4I97-66, 0,3% раствор.

Натр едкий, ГОСТ 4328-66, 2% раствор.

Кислота сульфаниловая, ГОСТ 5821-69.

Кислота азотная, ГОСТ 4461-67, разбавленная I:3.

Сульфанилат натрия. 8г безводной сульфаниловой кислоты растворяют в I50 мл 2% раствора едкого натра. Раствор сохраняется 2 суток.

Силикагель крупнопористый, марки МСК (фракция 0,25-0,5мм), очищенный от примесей. Для этого силикагель кипятят в течение I часа с азотной кислотой (разбавленной I:3). Затем промывают дистиллиро-

ванной водой до нейтральной реакции промывных вод и сушат в сушильном шкафу при 120-130°С. Хранят в склянке с притертой пробкой.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кювета водяная.

Пробирки колориметрические с притертыми пробками высотой 120мм, диаметром 15мм.

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

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

Трубки стеклянные для отбора проб длиной 80мм, диаметром 3мм.

4. Проведение измерения

. Условия отбора проб воздуха

Воздух аспирируют со скоростью 0,5 л/мин через трубку, содержащую 1-1,5см^3 силикагеля, в течение 8 минут.

Для определения 1/2 ПДК кротонового альдегида достаточно отобрать 4л воздуха в течение 8 минут. После отбора трубку закрывают стеклянными заглушками.

Условия анализа.

Силикагель переносят в пробирку, добавляют 6,5 мл солянокислоты (1:300) и оставляют на 10 минут, периодически встряхивая. Из каждой пробы отбирают по 2,5 мл полученного раствора в две колориметрические пробирки. В первую пробирку (раствор сравнения) приливают 1,5 мл сульфанилата натрия и выдерживают 5-7 минут. Затем в обе пробирки последовательно добавляют по 0,2мл соляной кислоты (1:4) и 0,2мл 0,3% раствора нитрита натрия. После чего во вторую пробирку (рабочий раствор) добавляют 1,5 мл сульфанилата натрия. Через 1-2 минуты в обе пробирки добавляют по 1 мл серной

кислоты. Оптическую плотность рабочего раствора измеряют в кювете с толщиной слоя I см при длине волны 435нм, относительно раствора сравнения. При работе на фотоэлектроколориметре применяют синий светофильтр.

Использование в качестве раствора сравнения части пробы, отобранной указанным способом, позволяет устранить мешающее действие других соединений, способных к образованию окрашенных продуктов с диазотированной сульфаниловой кислотой. Предварительное добавление сульфанилата натрия связывает только акролеин и кротоновый альдегид. Остальные альдегиды в щелочной среде не связываются. Поэтому раствор сравнения имеет меньшую оптическую плотность, чем рабочий раствор.

В тех же условиях готовят шкалу стандартов, согласно таблице

Таблица 22.

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор, I0мкг/мл, мл	Соляная кислота (I:300), мл	Содержание кротонового альдегида, мкг
I	0	6,5	0
2	0,I	6,4	I
3	0,2	6,3	2
4	0,4	6,I	4
5	0,6	5,9	6
6	0,8	5,7	8
7	I,0	5,5	I0
8	I 2	5,3	I2
9	I,4	5,4	I4

Для этого стандартный раствор наносят на I-I,5см^3 силикагеля, помещенного в пробирки, и обрабатывают указанным объемом соляной

кислоты (I:300). Содержимое пробирок встряхивают в течение 5 минут. Для анализа из каждой пробирки отбирают по 2,5 мл раствора, добавляют по 0,2мл соляной кислоты (I:4), по 0,2мл 0,3% раствора нитрита натрия и по I,5 мл сульфанилата натрия. Через I-2 минуты добавляют по I мл серной кислоты (I:4). Измеряют оптическую плотность растворов и строят градуировочный график.

Концентрацию кротонового альдегида в мг/м^3 воздуха/X/ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G}{V_{20}}$$, где

G - количество вещества, найденное по градуировочному графику во всем объеме пробы, мкг

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

Приложение I.

Формула приведения объема воздуха к стандартным условиям

Согласно требованиям ГОСТ"а I2.I.005-76 объем отобранного воздуха приводят к стандартным условиям - температуре 20°С и барометрическому давлению I0I,33 кПа /760 мм рт.ст./ по формуле:

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

V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, кПа;

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Для упрощения расчетов пользуются коэффициентами К /приложение 2/, вычисленными для температур в пределах от минус 30 до плюс 30°С и давлений от 97,33 до I0I,86 кПа /730-764 мм рт.ст./.

Приложение 2

Коэффициенты К для приведения объема воздуха к стандартным условиям.

°C	Давление Р, кПа/мм.рт.ст.									
	97,33/730	97,86/734	98,4/738	98,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,33/760	101,86/764
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
-6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
-2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0476	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 9

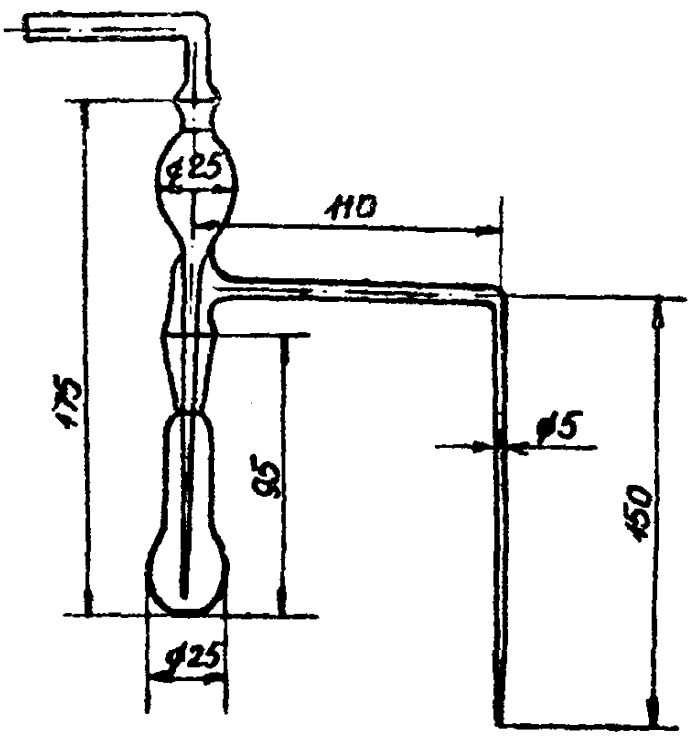


Рис. I Прибор для сожжения хлорорганических ядохимикатов

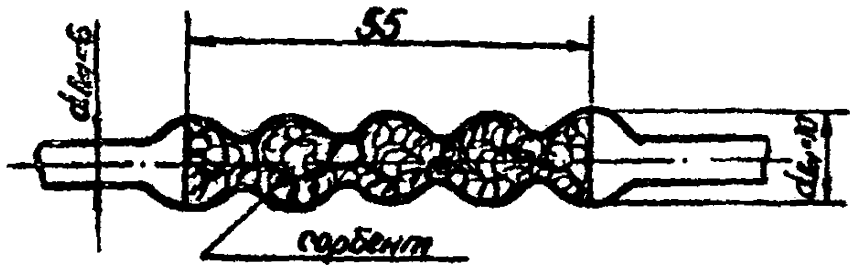


Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

Рис. 3 Очистительная система. 1-склянка Тищенко,
2- поглотитель с натронной известью.

Приложение 4.

Список институтов, редставивших новые методики в данный сборник

Наименование методики	Наименование института
1	2
Фотометрическое определение акрилонитрила	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение акриловой и метакриловой кислот	" - "
Фотометрическое определение аллилового спирта	" - "
Фотометрическое определение хлористого метила и хлористого этила	" - "
Фотометрическое определение 3,4-дихлорпропионанилида	" - "
Фотометрическое определение толуилендиамина	" - "
Спектрофотометрическое определение карбазола	Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение кротонового альдегида	Штаб военизированных горноспасательных частей Урала /г. Свердловск/
Фотометрическое определение 1- и 2-метилнафталинов	Донецкий институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение аценафтена	" - "
Фотометрическое определение коллидина	" - "
Газохроматографическое определение метилнафталина и нафталина	Ангарский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение хлорной ртути /сулемы/	" - "

1	2
Определение хлорной ртути методом атомно-абсорбционного анализа	Ангарский институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение нафталина	Белорусский санитарно-гигиенический институт
Определение ртутьорганических ядохимикатов	Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение эфирсульфоната	" - "
Хроматографическое определение этилмеркурхлорида	ВНИИГИНТОКС
Фотометрическое определение этилмеркаптана	Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение дихлорэтана	Новосибирский санитарный институт
Фотометрическое определение окиси мезитила	" - "

С О Д Е Р Ж А Н И Е

стр.

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аценафтена в воздухе 3

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций ацетальдегида в воздухе 7

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акрилонитрила в воздухе 11

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акриловой и метакриловой кислот в воздухе . 15

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций акриловой и метакриловой кислот в воздухе 20

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аллилового спирта в воздухе 24

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций первичных алифатических аминов в воздухе . . 28

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 2-амино-1,3,5-триметилбензола в воздухе . . 33

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-анизидина в воздухе 36

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций бериллия в воздухе 40

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилтолуола в воздухе 45

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дихлорэтана в воздухе 49

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диоксана в воздухе 53

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дикумилметана в воздухе 58

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диметилового эфира терефталевой кислоты в воздухе 62

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций динитрила адипиновой кислоты в воздухе 66

Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3,4-дихлорпропионанилид в воздухе 71

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций изопрена в воздухе 75

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций суммы карбонилов кобальта и продуктов их разложения в воздухе 80

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций карбазола в воздухе 84

Методические указания по фотометрическому измерению концентрации коллидина 88

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций карбина, тиодана, атразина и хлоразина в воздухе 91

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций кротонового альдегида в воздухе 100

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций малеинового ангидрида в воздухе 105

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций окиси мезитила в воздухе 109

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 1- и 2-метилнафталинов в воздухе 113

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилнафталина и нафталина в воздухе . 117

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нафталина в воздухе 121

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций нафталина в воздухе 125

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нитроформа в воздухе 129

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций пентахлорацетона и гексахлорацетона 133

gost.e-ecolog.ru