МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XIX

Москва, 1984 г.

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Москва, 1983 г.

Сборник методических указаний составлен методической секцией по промышленно-санитарной химии при проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии".

Настоящие методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле.

Выпуск XIX

Редакционная коллегия: Кузьминых А.И., Македонская Р.Н., Овечкин В.Г.

Л-79263 от 28.10.83г. Зак. 1943 Тир. 1000

Типография Министерства Здравоохранения СССР.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР
А.И.ЗАЙЧЕНКО
"06" апреля 1983 г.
№ 2911-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ТРЕТИЧНЫХ ЖИРНЫХ АМИНОВ И АМИНОСПИРТОВ (ТРИЭТИЛАМИНА, ДИМЕТИЛЭТАНОЛАМИНА, ДИЭТИЛЭТАНОЛАМИНА, ТРИЭТАНОЛАМИНА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Физические свойства компонентов

Наименование	Структурная формула	М	т.кип.	$d^{20°}$
Триэтиламин	$(C_2H_5)_3N$	101,19	89,4	66 мм.рт. ст.
Диметилэтаноламин	$HOCH_2CH_2N(CH_3)_2$	89,14	133,0	-
Диэтилэтаноламин	$HOCH_2CH_2N(CH_2CH_3)_2$	117,20	163,0	-
Триэтаноламин	$(HOCH_2CH_2)_3N$	149,19	360,0	0,049 мм рт.ст.(30)

Все перечисленные вещества растворимы в воде и спирте.

I. Характеристика метода

Определение основано на реакции окисления аминов и аминоспиртов до хлорпроизводных соединений с последующим определением йода.

Отбор проб производится с концентрированием в 6%-ный раствор бикарбоната натрия.

Предел измерения - I мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе - 0,5 мг/м^3 для диметилэтаноламина, диэтилэтаноламина и триэтаноламина (при отборе 4 л воздуха); I,0 мг/м^3 для триэтиламина (при отборе 2 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций 0,5 - I0 мг/м^3 для диметилэтаноламина, диэтилэтаноламина и триэтаноламина; I,0 - 20 мг/м^3 - для триэтиламина.

Определению не мешают аммиак, ароматические диамины и диизоцианаты; мешают определению жирные амины и аминоспирты.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает ± 25%.

Предельно допустимая концентрация диметилэтаноламина, диэтилэтаноламина и триэтаноламина - 5 мг/м^3, триэтиламина - 10 мг/м^3.

2. Реактивы, растворы и материалы

Диметилэтаноламин, ТУ 6-09-3309-73, ч, свежеперегнанный.

Диэтилэтаноламин, ТУ 6-02-1086-77, ч, свежеперегнанный.

Триэтаноламин, ТУ 6-02-916-74, ч, свежеперегнанный.

Триэтиламин, ТУ 6-09-1496-77, ч, свежеперегнанный.

Основной раствор. В мерную колбу емкостью 25 мл вносят 15 мл раствора бикарбоната натрия, взвешивают, добавляют 1-2 капли амина или аминоспирта, снова взвешивают и содержимое колбы доводят до метки раствором бикарбоната натрия. По разности второго и первого взвешивания находят навеску амина или аминоспирта и вычисляют содержание его в 1 мл раствора.

Стандартный раствор, содержащий 10 мкг/мл амина или аминоспирта, готовят соответствующим разбавлением основного раствора раствором бикарбоната натрия. Стандартные растворы диметилэтаноламина, диэтилэтаноламина и триэтаноламина устойчивы две недели. Стандартные растворы триэтиламина должны быть свежеприготовленными.

Натрий углекислый кислый, ГОСТ 4201-79, ч, 6%-ный раствор.

Натрий азотистокислый, ГОСТ 4197-74, 5%-ный раствор.

Калий иодистый, ГОСТ 4232-74, ч.

Крахмал водорастворимый, ГОСТ 10163-76, ч, 0,5%-ный раствор.

Натрий углекислый безводный, ГОСТ 83-79, ч.

Натрий серноватистокислый, ГОСТ 4215-66, ч, 0,2 н раствор.

Уксусная кислота ледяная, ГОСТ 61-75, х.ч.

Хлорная известь, ГОСТ 1692-58.

Иодид-крахмальный раствор. 0,3 г крахмала растворяют в 100 мл

кипящей воды, прибавляют через 15 минут 1 г иодистого калия и кипятят раствор еще 5 мин. Остывший раствор доводят до 100 мл свежекипяченной дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение шести дней.

Гипохлорит натрия, содержащий 5 г/л активного хлора. Раствор гипохлорита натрия готовят из хлорной извести, содержащей не менее 25% активного хлора. 100 г хлорной извести размешивают в течение 15 мин. со 170 мл воды, прибавляют раствор 70 г углекислого натрия в 170 мл воды. При этом масса вначале загустевает, затем становится более жидкой. Жидкость фильтруют через воронку Бюхнера. Определяют содержание активного хлора и соответствующим разбавлением готовят раствор гипохлорита натрия, содержащий 5 г/л активного хлора. Определение активного хлора проводят следующим образом: берут 1 мл раствора гипохлорита натрия в колбу с притертой пробкой, прибавляют 5 мл ледяной уксусной кислоты и приблизительно 1 г иодистого калия. Выделившийся иод титруют 0,2 н раствором серноватистокислого натрия до слабо-желтой окраски, затем добавляют 1 мл 0,5%-ного раствора крахмала и титруют до обесцвечивания раствора. Концентрацию активного хлора вычисляют по формуле:

$$C = \frac{(a-в)\cdot 35,45\cdot N}{У};$$

где: C - концентрация активного хлора, г/л;

a - объем серноватистокислого натрия, затраченный на титрование пробы, мл;

в - объем серноватистокислого натрия, затраченный на титрование в холостом определении, мл;

35,45- атомный вес хлора;

N - нормальность раствора серноватистокислого натрия;

У - объем пробы, взятый для анализа, мл.

3. Приборы и посуда

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Аспирационное устройство.

Вакуумный насос.

Колба для вакуумного фильтрования.

Воронка Бюхнера.

Поглотительные приборы с пористой пластинкой.

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

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

Колбы конические, емкостью 50 и 250 мл.

Пробирки колориметрические плоскодонные с пришлифованной пробкой, высотой 120 мм, внутренним диаметром 15 мм.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через два поглотительных прибора с пористой пластинкой, содержащих по 5 мл 6%-ного раствора бикарбоната натрия. Для определения 1/2 ПДК следует отобрать 4 л воздуха для диметилэтаноламина, диэтилэтаноламина и триэтаноламина, или 2 л - для триэтиламина. Срок хранения проб 2-3 дня.

Условия анализа

Из каждого поглотительного прибора 2,5 мл пробы вносят в колориметрические пробирки, приливают 1 мл гипохлорита натрия, содержащего 5 г/л активного хлора, перемешивают, добавляют 1 мл 5%-ного раствора азотистокислого натрия, тщательно перемешивают. Непосредственно перед фотометрированием добавляют 1 мл иодид-крахмального раствора. После перемешивания растворы фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 1 см при длине волны 550-620 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам. Содержание амина в анализируемой пробе определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения гра-

дуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице 18.

Таблица 18

Шкала стандартов

Номер стандарта	I	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор, мл	0	0,I	0,25	0,5	I,0	I,5	2,0
6%-ный раствор $NaHCO_3$, мл	2,5	2,4	2,25	2,0	I,5	I,0	0,5
Содержание амина, аминоспирта, мкг	0	I	2,5	5,0	I0	I5	20

Содержимое пробирок шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность и строят график; шкалой стандартов можно пользоваться для визуального определения, для этого ее готовят в колориметрических пробирках одновременно с пробами.

Шкала устойчива в течение 30 минут.

Концентрацию амина или аминоспирта в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V_1}{V \cdot V_{20}};$$

где: G – количество амина или аминоспирта, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_1 – общий объем пробы, мл;

V – объем пробы, взятый для анализа, мл;

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

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

где: V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л.

P - барометрическое давление, кПа (101,33 кПа=760 мм рт.

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

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

Приложение 2

К О Э Ф Ф И Ц И Е Н Т Ы

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°С и атмосферное давление 101,33 кПа

°С	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,40	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
-30	1.1582	1.1646	1.1709	1.1772	1.1836	1.1899	1.1963	1.2026	1.2058	1.2122	1.2185
-26	1.1393	1.1456	1.1519	1.1581	1.1644	1.1705	1.1768	1.1831	1.1862	1.1925	1.1986
-22	1.1212	1.1274	1.1336	1.1396	1.1458	1.1519	1.1581	1.1643	1.1673	1.1735	1.1795
-18	1.1036	1.1097	1.1158	1.1218	1.1278	1.1338	1.1399	1.1460	1.1490	1.1551	1.1611
-14	1.0866	1.0926	1.0986	1.1045	1.1105	1.1164	1.1224	1.1284	1.1313	1.1373	1.1432
-10	1.0701	1.0760	1.0819	1.0877	1.0936	1.0994	1.1053	1.1112	1.1141	1.1200	1.1258
-6	1.0540	1.0599	1.0657	1.0714	1.0772	1.0829	1.0887	1.0945	1.0974	1.1032	1.1089
-2	1.0385	1.0442	1.0499	1.0556	1.0613	1.0669	1.0726	1.0784	1.0812	1.0869	1.0925
0	1.0309	1.0366	1.0423	1.0477	1.0535	1.0591	1.0648	1.0705	1.0733	1.0789	1.0846
+2	1.0234	1.0291	1.0347	1.0402	1.0459	1.0514	1.0571	1.0627	1.0655	1.0712	1.0767
+6	1.0087	1.0143	1.0198	1.0253	1.0309	1.0363	1.0419	1.0475	1.0502	1.0557	1.0612
+10	0.9944	0.9999	1.0054	1.0108	1.0162	1.0216	1.0272	1.0326	1.0353	1.0407	1.0462
+14	0.9806	0.9860	0.9914	0.9967	1.0027	1.0074	1.0128	1.0183	1.0209	1.0263	1.0316
+18	0.9671	0.9725	0.9778	0.9830	0.9884	0.9936	0.9989	1.0043	1.0069	1.0122	1.0175
+20	0.9605	0.9658	0.9711	0.9763	0.9816	0.9868	0.9921	0.9974	1.0000	1.0053	1.0105
+22	0.9539	0.9592	0.9645	0.9696	0.9749	0.9800	0.9853	0,9906	0.9932	0.9985	1.0036
+24	0.9475	0.9527	0.9579	0.9631	0.9683	0.9735	0.9787	0.9839	0.9865	0.9917	0.9968
+26	0.9412	0.9464	0.9516	0.9566	0.9618	0.9669	0.9721	0.9773	0.9799	0.9851	0.9902
+28	0.9349	0.9401	0.9453	0.9503	0.9555	0.9605	0.9657	0.9708	0.9734	0.9785	0.9836
+30	0.9288	0.9339	0.9391	0.9440	0.9492	0.9542	0.9594	0.9645	0.9670	0.9723	0.9772
+34	0.9167	0.9218	0.9268	0.9318	0.9368	0.9418	0.9468	0.9519	0.9544	0.9595	0.9644
+38	0.9049	0.9099	0.9149	0.9198	0.9248	0.9297	0.9347	0.9397	0.9421	0.9471	0.9520

Приложение 3

Вещества, определяемые по ранее утвержденным и опубликованным Методическим Указаниям

№ пп	Наименование вещества	Опубликованные МУ
I.	Полиоксиамид	ТУ на метод определения пыли в воздухе промышленных предприятий. Выпуск IУ,1965 г., стр.165.
2.	Полибензоксазол	- " -
3.	Сополимер стирола и метилметакрилата (Инкар-27)	- " -
4.	Сополимер бутилакрилата, стирола, метилметакрилата, аллилметакрилата (Инкар-27а)	- " -
5.	Сополимер винилхлорида, винилацетата и винилового спирта (А-I50М)	- " -
6.	Полиоксадиазол (ПОД-2)	- " -
7.	Сополимер винилхлорида и метилакрилата МА-20	- " -
8.	Летучие вещества, выделяющиеся при вулканизации шинной резины (по сумме аминов)	ТУ на метод определения фенил-β-нафтиламина. Выпуск УП, 1971 г. стр.60.

Приложение 4

Перечень
учреждений, представивших методические указания в данный сборник

Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание
Фотометрическое определение адипиновой и себациновой кислот	Институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
Фотометрическое определение бутилнитрита	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса)	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Полярографическое определение вольфрама	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетрамина	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Полярографическое определение диэтилтеллурида	ЦИУВ, кафедра промгигиены г.Москва
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилфосфата и дифенил(2-этилгексил)фосфата	Институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
Фотометрическое определение 3,4-диметоксифенилацетонитрила (гомонитрила)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР. г.Москва
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида	- " -
Фотометрическое определение 2,3-дибром-2-бутен-1,4-диола	Одесский медицинский институт
Фотометрическое определение 1,2-диметоксибензола (вератрола)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г."осква
Газохроматографическое определение дибутилсебацината	Белорусский санитарно-гигиенический институт
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацината и диоктиладипината	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса	ГОСНИИ ХЛОРПРОЕКТ, г.Киев филиал
Газохроматографическое определение кетоэфира	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний

1	2
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол, изобутанол, углеводороды)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Хроматографическое определение которана	Ташкентский медицинский институт
Фотометрическое определение канифоли	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение летучих жирных кислот	- " -
Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля	ВНИИЖГ, г.Москва
Полярографическое определение марганца и железа	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Полярографическое определение меди	- " -
Газохроматографическое определение метанола из бензометанольной смеси	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Фотометрическое определение метурина	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Полярографическое определение молибдена	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Газохроматографическое определение метилового, этилового, изопропилового, н-пропилового, н-бутилового, втор-бутилового и изобутилового спиртов	- " -
Газохроматографическое определение 3-нитро-4-хлорбензотрифторида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение норборнена и норбарнадиена	- " -
Газохроматографическое определение окиси углерода	Казанское пуско-наладочное управление инженерно-производственного треста "Оргнефтехимзаводы"
Полярографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Спектрофотометрическое определение стиромаля	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца	- " -

I	2
Полярографическое определение титана	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение тиодифениламина	Донецкий НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилэтаноламина, диэтилэтаноламина, триэтаноламина)	- " -
Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Хроматографическое определение фенурона	- " -
Фотометрическое определение фенилметилмочевины	- " -
Фотометрическое определение хлористого натрия	Донецкий НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Хроматографическое определение хлорэндикового ангидрида	ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев
Полярографическое определение хрома (УI и Ш)	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение цианистого водорода	Ленинградский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР г.Москва

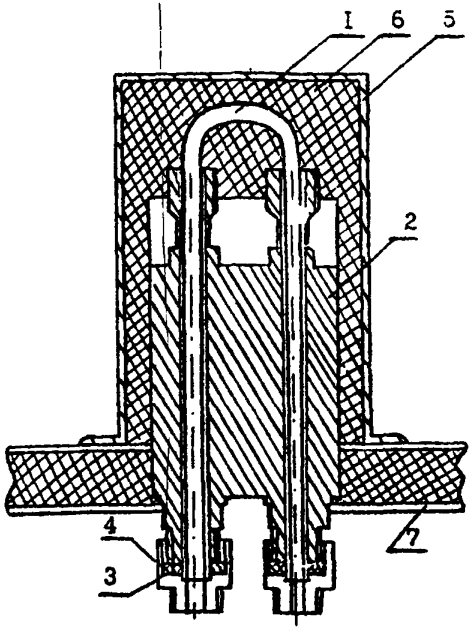

Рис.I. Общий вид установки реактора в испаритель.
I - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса, 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя, 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализатора.

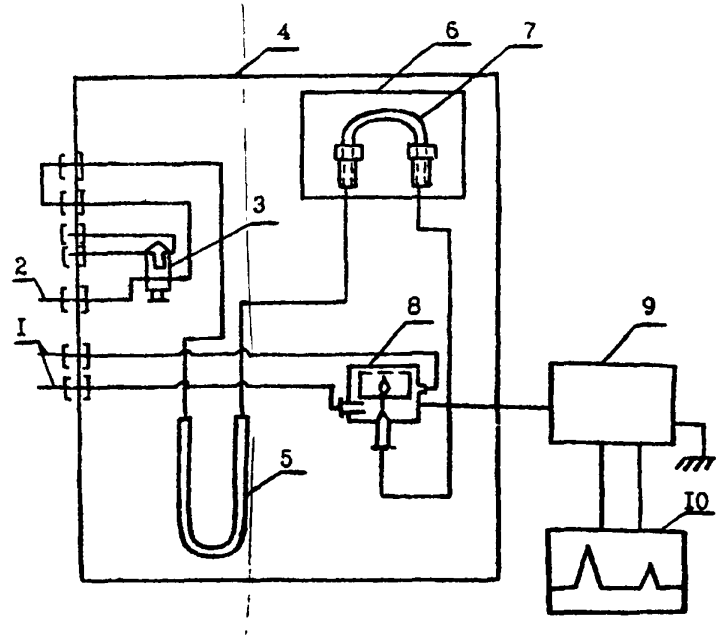

Рис.2. Схема подключения реактора.
I - подача воздуха, 2 - подача водорода, 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора, 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор, 8 - детектор, 9 - усилитель, I0 - потенциометр.

С О Д Е Р Ж А Н И Е

	стр.
Фотометрическое определение адипиновой и себациновой кислот	3
Фотометрическое определение бутилнитрита	7
Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса)	I0
Полярографическое определение вольфрама	I3
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетрамина	I7
Полярографическое определение диэтилтеллурида	2I
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилфосфата и дифенил(2-этилгексил)фосфата	25
Фотометрическое определение 3,4-диметоксифенилацетонитрила (гомонитрила)	30
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида	34
Фотометрическое определение 2,3-дибром-2-бутен-I,4-диола	37
Фотометрическое определение I,2-диметоксибензола (вератрола)	40
Газохроматографическое определение дибутилсебацината	43
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацината и диоктиладипината	47
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса	52
Газохроматографическое определение кетоэфира	55
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол,изобутанол,углеводороды)	60
Хроматографическое определение которана	65
Фотометрическое определение канифоли	69
Газохроматографическое определение летучих жирных кислот	72
Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля	76

стр.

Полярографическое определение марганца и железа..... 80

Полярографическое определение меди..... 86

Газохроматографическое определение метанола из бензо-метанольной смеси..... 90

Фотометрическое определение метурина..... 93

Полярографическое определение молибдена..... 97

Газохроматографическое определение метилового, этилового, изопропилового, н-пропилового, н-бутилового, втор-бутилового и изобутилового спиртов..... I02

Газохроматографическое определение 3-нитро-4-хлорбензотрифторида..... I06

Газохроматографическое определение норборнена и норборнадиена..... I09

Газохроматографическое определение окиси углерода..... II3

Полярографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии..... II7

Спектрофотометрическое определение стиромаля..... I22

Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца..... I25

Полярографическое определение титана..... I29

Фотометрическое определение тиодифениламина..... I34

Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилэтаноламина, диэтилэтаноламина, триэтаноламина)..... I37

Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины... I42

Хроматографическое определение фенурона..... I45

Фотометрическое определение фенилметилмочевины..... I50

Фотометрическое определение хлористого натрия..... I53

Хроматографическое определение хлорэндикового ангидрида. I56

Полярографическое определение хрома (УI и Ш)..... I6I

[illegible] определение цианистого водорода..... I67

Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида..... I7I

gost.e-ecolog.ru