МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVIII

Москва, 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVIII

Москва, 1983 г.

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

Выпуск XVIII

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

Редакционная коллегия : Мельникова Л.В., Беляков А.А., Бабина М.Д., Овечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

_____ А.И. ЗАИЧЕНКО

"21" марта 1983 г.

№ 2719-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ АКРОЛЕИНА В ВОЗДУХЕ

$CH_2 = \overset{H}{\overset{|}{C}} - \overset{H}{\overset{|}{C}} = O$ М = 56,07

Акролеин - бесцветная, летучая жидкость с неприятным запахом, плотность 0,841 при 20°С, т.кип. 52,5°, т.пл. - 87,7°, растворяется в воде (40 г на 100 г при 20°С).

Агрегатное состояние - пары.

I. Общая часть

1. Определение основано на взаимодействии акролеина с сульфаниловой кислотой при pH 1,5-2,5 с образованием окрашенного в желтый цвет красителя.

2. Предел обнаружения 1 мкг в 6 мл пробы.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,1 мг/м^3 (при отборе 10 л воздуха)

4. Погрешность определения ± 9,5%.

5. Диапазон измеряемых концентраций от 0,1 до 1,4 мг/м^3.

6. Определению не мешают кетоны, формальдегид, окислы азота.

7. Предельно допустимая концентрация акролеина в воздухе 0,2 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Реактивы и применяемые растворы.

Акролеин, свежеперегнанный с т.кип. 52,5°С.

Стандартный раствор акролеина № I. Готовят растворением 30-40 мг (2-3 капли) акролеина в соляной кислот I : 300 в мерной колбе на 25 мл.

Стандартный раствор № 2 с содержанием 0,01 мг/мл. Готовят соответствующим разведением стандартного раствора № I соляной кислотой I:300. Растворы устойчивы в течение рабочего дня.

Натр едкий, ГОСТ 4328-77, 2% раствор.

Сульфаниловая кислота, ГОСТ 5821-78.

Натрия сульфанилат. Готовят растворением 8 г сульфаниловой кислоты в 150 мл 2 % раствора едкого натра.

Натрий азотистокислый, ГОСТ 4197-74, 0,3% водяной раствор.

Серная кислота, ГОСТ 4204-77, чда, разбавленная водой в отношении I : 4.

Соляная кислота, ГОСТ 3118-77, разбавленная водой в отношении I.1 и I:300.

Силикагель крупнопористый марки МСК, размер зерен 0,25 - 0,5 мм. Просеивают через сито с диаметром отверстий 0,25-0,5 мм, переносят в колбу или стакан, заливают горячей азотной кислотой I:3 и кипятят в течение I ч. Промывают теплой водой и сушат при 100°С. Хранят в посуде с притертой пробкой.

9. Применяемые посуда и приборы

Аспирационное устройство.

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

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

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

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

Колба Вюрца, вместимостью 30 мл.

Фотоэлектроколориметр.

Стеклянная трубка длиной 50 мм, диаметром 3 мм.

Ш. Отбор пробы воздуха

I . Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через стеклянную трубку, содержащую I-I,2 см^3 силикагеля. Для определения концентраций паров акролеина на уровне I/2 ПДК следует отобрать I0 л воздуха. Пробы сохраняются I сутки.

IУ. Описание определения

II. Силикагель из трубки ссыпают в пробирку, заливают 6,5мл соляной кислоты I : 800 и оставляют на I0 мин, изредка встряхивая. Отбирают пипеткой по 2,5 мл пробы в две колориметрические пробирки. В одну из пробирок приливают I,5 мл сульфанилата натрия для приведения акролеина в недеятельный комплекс и выдерживают 5-7 мин. Этот раствор при измерении служит холостой пробой. После чего в обе пробирки приливают по 0,2 мл соляной кислоты I : 4, 0,2 мл 0,3% раствора нитрита натрия и затем во вторую пробирку приливают I,5 мл сульфанилата натрия. Оставляют обе пробирки на I,5-2 мин. Измеряют оптические плотности растворов в кювете с толщиной слоя I0 мм при длине волны 435 НМ. Содержание акролеина определяют по градуировочному графику. Для построения графика готовят шкалу стандартов согласно табл.21.

Таблица 21

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор № 2, мл	Соляная к-та (I:300), мл	Содержание акролеина, в анализируемом растворе, мкг
*) 0	0	6,5	0
I	0,I	6,4	I
3	0,4	6,I	4
4	0,6	5,9	6
5	0,8	5,7	8
6	I,0	5,5	I0
7	I,2	5,3	I2
8	I,4	5,I	I4

*) Для приготовления холостой пробы из любого стандарта берут 2,5 мл и обрабатывают вышеуказанным способом

В ряд пробирок с притертыми пробками насыпают по I-I,2 см^3 силикагеля и отмеряют 0; 0,I; 0,2; 0,4; 0,6; 0,9; I,0; I,2; I,4 мл стандартного раствора акролеина с содержанием 0,0I мг/мл и 6,5; 6,4; 6,3; 6,I; 5,9; 5,7; 5,5; 5,3; 5,I соляной кислоты I : 300. Встряхивают пробирки в течение I0 мин. Из отстоявшегося над силикагелем слоя жидкости отбирают из каждой пробирки по 2,5 мл раствора. Затем приливают в эти пробирки последовательно 0,2 мл соляной кислоты I : 4, 0,3% раствора нитрита и I,5 мл сульфанилата натрия. Выдерживают I,5-2 мин и приливают I мл серной кислоты I:4. Измеряют оптическую плотность растворов и строят градуировочный график. Шкала стандартов устойчива в течение 2-х суток.

Концентрацию акролеина в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

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

где: G – количество акролеина, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг (коэффициент пересчета на весь объем пробы не вводится, поскольку шкала стандартов готовится аналогичным образом).

V_{20} – объем пробы, 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:

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

V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л

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

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °С

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения 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	98,4	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	1,1039
- 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	1,0021	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263	1,0316
+18	0,9671	0,9728	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122	1,0175

°C	Давление P, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	I00	I00,53	I0I,06	I0I,33	I0I,86	I02,40
+20	0,9605	0,9658	0,97II	0,9763	0,98I6	0,9868	0,992I	0,9974	I,0000	I,0053	I,0I05
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	I,0036
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,963I	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,99I7	0,9968
+26	0,94I2	0,9464	0,95I6	0,9566	0,96I8	0,9669	0,972I	0,9773	0,9799	0,985I	0,9902
+28	0,9349	0,940I	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
+30	0,9288	0,9339	0,939I	0,9440	0,9482	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772
+34	0,9I67	0,92I8	0,9268	0,93I8	0,9368	0,94I8	0,9468	0,95I9	0,9544	0,9595	0,9644
+38	0,9049	0,9099	0,9I49	0,9I98	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,942I	0,947I	0,9520

Приложение 3

Рисунки к сборнику № I8 "Методические указания по методам определения вредных веществ в воздухе".

Рис.I Стеклянная трубка с пористой пластинкой.

Рис.2 Схема динамического диффузионного дозатора:

I - сатуратор.

2 - тройник - капилляр.

3 - капиллярная колонка.

4 - сборник.

Рис.3 Концентрационная трубка:

I - стеклянная сетка, впаянная в трубку.

2 - стекловата.

3 - адсорбент.

Рис.4 Патрон плексигласовый для отбора проб воздуха:

I - штуцер.

2 - ниппель

3, 5 - кольцо

4 - фильтр

Рис.5 Схема установки для отбора пробы воздуха:

I - сорбционная трубка

2 - перфорированная перегородка с отверстиями d-0,8мм.

3 - Г - образная стеклянная переходная трубка.

4 - поглотительные сосуды Рихтера.

5 - резиновые муфты.

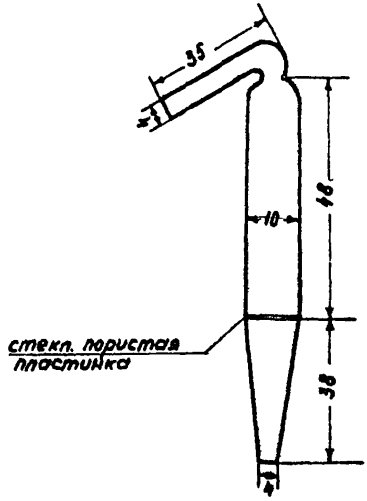

Рис. I. Стеклянная трубка с пористой пластинкой для отбора проб воздуха

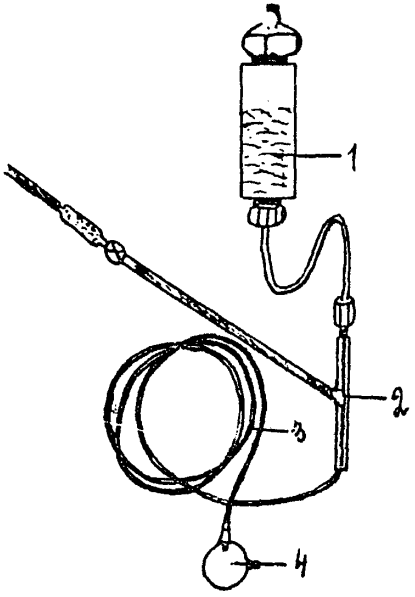

Рис 2. Схема динамического диффузионного дозатора.

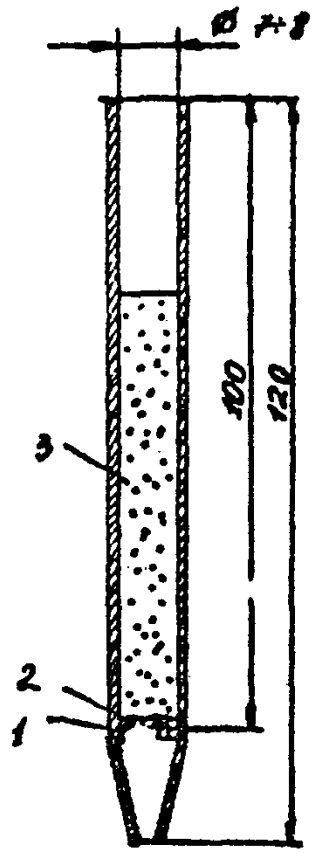

Рис.3. Концентрационная трубка

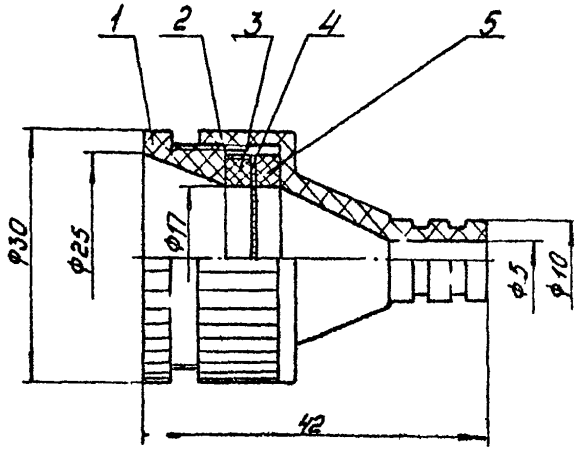

Рис. 4 Патрон плексигласовый
для отбора проб воздуха.

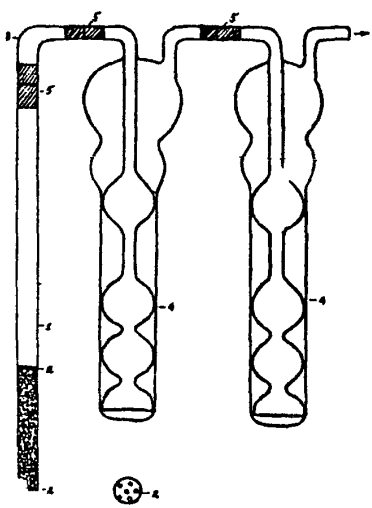

Рис. 5. Схема установки для отбора пробы воздуха.

Приложение 4

ПЕРЕЧЕНЬ

учреждений, представивших методические указания в данный сборник

№ № п/п	Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание
I	Методические указания по газохроматографическому определению бальзама лесного "А" в воздухе	Белорусский санитарно-гигиенический институт
2	Методические указания по методам определения вернама в воздухе	Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
3	Методические указания по газохроматографическому определению гексахлорбензола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
4	Методические указания по газохроматографическому определению гексафторида серы в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
5	Методические указания по хроматографическому определению 4,4-дитиодифенил-бис-малеимида в воздухе	ГорСЭС г.Москвы
6	Методические указания по газохроматографическому определению 2,3-дихлорпропена в воздухе	Новосибирский НИИ гигиены
7	Методические указания по газохроматографическому определению дихлорэтана, псевдокумола, моно- и дихлорметилпсевдокумола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
8	Методические указания по газохроматографическому определению изобутилового спирта в воздухе	Институт биофизики Минздрава СССР, г. Москва
9	Методические указания по газохроматографическому определению изомеров хлортолуола в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
I0	Методические указания по газохроматографическому определению метилтрет-бутилового эфира в воздухе	Ярославский НИИ мономеров для СК
II	Методические указания по газохроматографическому определению метилтолуилата, динила и диметилтерефталата в воздухе	Белорусский санитарно-гигиенический институт

I2	Методические указания по газохроматографическому определению метилфенилдиметоксисилана в воздухе	СЭС г.Данков
I3	Методические указания по газохроматографическому определению моно-нитронафталина и изомеров I,5 и I,8 - динитронафталина в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
I4	Методические указания по хроматографическому определению пиридона и нитропиридона в воздухе	-"-
I5	Методические указания по газохроматографическому определению пропионового альдегида в воздухе	ВНИИ нефтехим, г.Ленинграда
I6	Методические указания по методам определения ФДН в воздухе	Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
I7	Методические указания по газохроматографическому определению фосфорорганических пестицидов (карбофос, метафос, метилнитрофос, бромфос, трихлорметафос - 3, цидиал, цианокс в воздухе)	ВНИИГИНТОКС
I8	Методические указания по газохроматографическому определению фурана, тетрагидрофурана и сильвана в воздухе	Узбекский НИИ санитарии, гигиены и профзаболеваний
I9	Методические указания по газохроматографическому определению хлоризопрена, хлорметилбутена и дихлорметилбутена в воздухе	Научно-производственное объединение "НАИРИТ"
20	Методические указания по хроматографическому определению холинхлорида в воздухе	Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
2I	Методические указания по газохроматографическому определению циодрина в воздухе	ВНИИГИНТОКС
22	Методические указания по газохроматографическому определению эпихлоргидрина (ЭХГ) в воздухе	Ростовский медицинский институт
23	Методические указания по спектрографическому определению алюминия, ванадия, кремния, лития, меди, никеля, олова, сурьмы, титана, хрома, цинка и их неорганических соединений в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний

24	Методические указания по спектрографическому определению хрома, никеля, кобальта, железа, марганца, алюминия, молибдена, меди, титана и вольфрама в воздухе	Институт охраны труда ВЦСПС (г.Москва)
25	Методические указания по фотометрическому определению алюмосиликата бария в воздухе	Первый Московский мединститут
26	Методические указания по фотометрическому определению акролеина в воздухе	Штаб военизированных горноспасательных частей Урала г.Свердловск
27	Методические указания по фотометрическому определению арсенида галлия в воздухе	Первый Московский мединститут
28	Методические указания по фотометрическому определению БВК в воздухе	Ленинградский санитарно-гигиенический мединститут
29	Методические указания по фотометрическому определению бромбензантрона и дибромбензантрона в воздухе	Харьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
30	Методические указания по фотометрическому определению ванилина в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
31	Методические указания по фотометрическому определению гваякола в воздухе	-"-
32	Методические указания по фотометрическому определению диалкилфталата в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
33	Методические указания по спектрофотометрическому определению дилуцина в воздухе	Рижский мединститут
34	Методические указания по фотометрическому определению димера метилциклопентадиена в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
35	Методические указания по фотометрическому определению 3,5-динитро-4-хлорбензойной кислоты в воздухе	Подсекция "Промышленно-санитарная химия"
36	Методические указания по фотометрическому определению метилового эфира метоксиуксусной кислоты в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР

37	Методические указания по фотометрическому определению монометакрилата пропиленгликоля в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
38	Методические указания по фотометрическому определению монохлорметилпсевдокумола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
39	Методические указания по фотометрическому определению озона в воздухе	Ленинградский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
40	Методические указания по фотометрическому определению о-оксибензилового спирта в воздухе	Харьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
41	Методические указания по фотометрическому определению I-оксиэтилидендифосфоновой кислоты, тринатриевой соли оксиэтилидендифосфоновой кислоты и нитрилотриметиленфосфоновой кислоты в воздухе	ВНИИ "ИРЕА" г.Москва
42	Методические указания по спектрофотометрическому определению пирена в воздухе	Свердловский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
43	Методические указания по фотометрическому определению рифампицина в воздухе	ВНИИ антибиотиков
44	Методические указания по фотометрическому определению фосфиноксида разнорадикального C_5 - C_9 и тризоамилфосфиноксида в воздухе	Саратовский мединститут
45	Методические указания по фотометрическому определению фуразолидона в воздухе	Рижский мединститут
46	Методические указания по фотометрическому определению этилового эфира циануксусной кислоты в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
47	Методические указания по титриметрическому определению ксантогенатов в воздухе	Армянский НИИ общей гигиены и профзаболеваний

СОДЕРЖАНИЕ

Методические указания по газохроматографическому определению бальзама лесного "А" в воздухе 3

Методические указания по методам определения вернама в воздухе 6

Методические указания по газохроматографическому определению гексахлорбензола в воздухе 15

Методические указания по газохроматографическому определению гексафторида серы в воздухе. 19

Методические указания по хроматографическому определению 4,4-дитиодифенил-бис-малеинида в воздухе 22

Методические указания по газохроматографическому определению 2,3-дихлорпропена в воздухе 26

Методические указания по газохроматографическому определению дихлорэтана, псевдокумола, моно- и дихлорметил-псевдокумола в воздухе 30

Методические указания по газохроматографическому определению изобутилового спирта в воздухе 37

Методические указания по газохроматографическому определению изомеров хлортолуола в воздухе 41

Методические указания по газохроматографическому определению метил-третбутилового эфира в воздухе . 45

Методические указания по газохроматографическому определению метилтолуилата, диэтила и диметилтерефталата в воздухе 50

Методические указания по газохроматографическому определению метилфенилдиметоксисилана в воздухе . 56

Методические указания по газохроматографическому определению моно-нитронафталина и изомеров 1,5- и 1,8-динитротронафталина в воздухе 60

Методические указания по хроматографическому определению пиридона и нитропиридона в воздухе. . 65

Методические указания по газохроматографическому определению пропионового альдегида в воздухе . . . 70

Методические указания по методам определения ФДН в воздухе 75

Методические указания по газохроматографическому определению фосфорорганических пестицидов (карбофос, метафос, метилнитрофос, бромофос-3, цитиал, цианокс) в воздухе 83

Методические указания по газохроматографическому определению фурана, тетрагидрофурана и сильвана в воздухе 89

Методические указания по газохроматографическому определению хлоризопрена, хлорметилбутена и дихлорметилбутена в воздухе 94

Методические указания по хроматографическому определению холинхлорида в воздухе 98

Методические указания по газохроматографическому определению циодрина в воздухе 103

Методические указания по газохроматографическому определению эпихлоргидрина (ЭХГ) 108

Методические указания по спектрографическому определению алюминия, ванадия, кремния, лития, магния, меди, никеля, олова, сурьмы, титана, хрома, цинка и их неорганических соединений в воздухе 112

Методические указания по спектрографическому определению хрома, никеля, кобальта, железа, марганца, алюминия, молибдена, меди, титана и вольфрама в воздухе 118

Методические указания по фотометрическому определению алюмосиликата бария в воздухе 126

Методические указания по фотометрическому определению акролеина в воздухе 130

Методические указания по фотометрическому определению арсенида галлия в воздухе 134

Методические указания по фотометрическому определению БВК в воздухе 139

Методические указания по фотометрическому определению бромбензантрона и дибромбензантрона в воздухе 144

Методические указания по фотометрическому определению ванилина в воздухе 148

Методические указания по фотометрическому определению гваякола в воздухе 152

Методические указания по фотометрическому определению диалкилфталата в воздухе 156

Методические указания по спектрофотометрическому определению дилудина в воздухе 159

Методические указания по фотометрическому определению димера метилциклопентадиена в воздухе. . . 163

Методические указания по фотометрическому определению 3,5-динитро-4-хлорбензойной кислоты в воздухе 166

Методические указания по фотометрическому определению метилового эфира метоксиуксусной кислоты в воздухе 169

Методические указания по фотометрическому определению монометакрилата пропиленгликоля в воздухе 173

Методические указания по фотометрическому определению монохлорметилпсевдокумола в воздухе 177

Методические указания по фотометрическому определению озона в воздухе 181

Методические указания по фотометрическому определению о-оксибензилового спирта в воздухе 186

Методические указания по фотометрическому определению 1-оксиэтилидендифосфоновой кислоты, тринатриевой соли оксиэтилидендифосфоновой кислоты и нитрилотриметиленфосфоновой кислоты в воздухе 189

Методические указания по спектрофотометрическому определению пирена в воздухе 194

Методические указания по фотометрическому определению рифампицина в воздухе 198

Методические указания по фотометрическому определению фосфиноксида разнорадикальног $C_5 - C_9$ и тризоамилфосфиноксида в воздухе 202

Методические указания по фотометрическому определению фуразолидона в воздухе 207

Методические указания по фотометрическому определению этилового эфира циануксусной кислоты в воздухе 211

Методические указания по титриметрическому определению ксантогенатов в воздухе 215

Приложение 1. Формула для приведения объема воздуха к стандартным условиям 218

Приложение 2. Таблица коэффициентов для приведения объема воздуха к стандартным условиям 219

Приложение 3. Рисунки к сборнику № 18 221

Приложение 4. Перечень учреждений, представивших методические указания в данный сборник 227

Д-72444 от I4.06.83г. Зак. I596 Тир. II60

Типография Министерства Здравоохранения СССР.

gost.e-ecolog.ru