МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

Москва, 1980

gost.e-ecolog.ru

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

Москва, 1980 г.

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

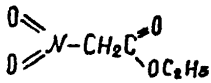
Выпуск XVI

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

Редакционная коллегия: Тарасов В.В., Бабина М.Д., Набиев М.Н., Дьякова Г.А., Озечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"23" октября 1980 г.
№ 2252-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭТИЛНИТРОАЦЕТАТА В ВОЗДУХЕ



М.м. 133

Этиловый эфир нитроуксусной кислоты – маслянистая жидкость, с удельным весом 1,19, мало растворимая в воде, хорошо растворимая в органических растворителях, Т.кип. 220°С при 760 мм рт. ст. (расчетная), упругость пара при t° 20°С – 728 мг/м^3. Агрегатное состояние в воздухе – пары.

I. Общая часть

1. Определение основано на реакции сложных эфиров карбоновых кислот со щелочным раствором гидроксиламина с образованием гидроксамовых кислот, которые при взаимодействии с солями железа (III) окрашивают раствор в розовато-желтый цвет.

2. Предел обнаружения 10 мкг в анализируемом объеме раствора

3. Предел обнаружения 1,3 мг/м^3 (расчетный).

4. Погрешность определения ± 10%

5. Диапазон измеряемых концентраций 1,3 - 700 мг/м^3.

6. Определению мешают другие сложные эфиры карбоновых кислот.

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе 5 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы

Этилнитроацетат, х.ч.

Стандартный раствор № 1. В мерную колбу емкостью 25 мл вносят 10 мл этилового спирта, взвешивают, добавляют 2-3 капли этилнитроацетата и снова взвешивают, доводят этанолом до метки и вычисляют содержание эфира в 1 мл.

Стандартный раствор № 2, содержащий 100 мг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 этанолом. Оба раствора готовят непосредственно перед употреблением.

Спирт этиловый, абсолютный, ГОСТ 5963-67

Гидроксиламин гидрохлорид ГОСТ 54-56-65, 20% раствор

Натр едкий ГОСТ 4328-77, 5 н раствор (точно).

Хлорид железа ГОСТ 4147-74, 6% в 0,1 н растворе HCl

9. Применяемые посуда и приборы

Аспирационное устройство

Поглотительные приборы с пористой пластинкой

Пробирки колориметрические с притлифованными пробками высотой 150 мм, внутренним диаметром 15 мм.

Колбы мерные ГОСТ 1770-74, емкостью 25 и 100 мл

Пипетки ГОСТ 20292-74, емкостью 1,2,5,10 мл с ценой деления 0,01; 0,02; 0,05 и 0,1 мл.

Фотоэлектроколориметр.

Ь. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных прибора, содержащих по 6 мл этилового спирта (уровень спирта в поглотителях отметить). Поглотительные приборы во время поглощения помещают в холодную воду со льдом или снегом. После аспирации спирт в поглотителях довести до метки. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 8 л воздуха.

IУ. Описание определения

По 3 мл исследуемого раствора из каждого поглотителя отбирают в колориметрические пробирки, добавляют по 0,8 мл гидроксиламина и по 0,8 мл раствора $NaOH$. Растворы перемешивают и через 15-20 минут непосредственно перед фотометрированием пробы в нее добавляют по 0,8 мл соляной кислоты и по 2 мл раствора $FeCl_3$. Содержимое пробирки взбалтывают и немедленно фотометрируют по сравнению с контролем в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны 530 нм.

Содержание этилнитроацетата в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице 24.

Таблица 24

Шкала стандартов

Номер стандартов	1	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор № 2, мл	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
Этиловый спирт, мл	3,0	2,9	2,8	2,6	2,4	2,2	2,0
Содержание этилнитроацетата, мкг	0	10	20	40	60	80	100

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам.

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

$$X = \frac{g \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

g – количество этилнитроацетата, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг

V – объем пробы, взятый для анализа, мл;

V_1 – общий объем пробы, мл;

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

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V'_{20} = \frac{V_t \, (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^\circ) \cdot 101{,}33}, \text{ где}$$

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, $^\circ C$

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

К О Э Ф Ф И Ц 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
0	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1699	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122	1,2185
6	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925	1,1986
2	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735	1,1795
8	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551	1,1611
4	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373	1,1432
0	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200	1,1258
	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032	1,1089
	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869	1,0925
	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789	1,0846
	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712	1,0767
	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557	1,0612
0	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407	1,0462
1	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0021	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263	1,0316
3	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122	1,0175
0	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053	1,0105
2	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	1,0036
1	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917	0,9968
5	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851	0,9902
5	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
0	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772

I	2	3	4	5	6	7	8	9	I0	II	I2
+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

gost.e-ecolog.ru