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".

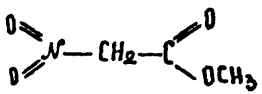
Выпуск XVI

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" сентября 1980 г.
№ 2235-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТИЛНИТРОАЦЕТАТА В ВОЗДУХЕ



И.и. II9

Метиловый эфир нитроуксусной кислоты – маслянистая жидкость с удельным весом I,292, мало растворимая в воде, хорошо растворимая в органических растворителях (ацетон и др.). Т.кип. 80–82°С при 8 мм рт.ст., упругость пара 65I мг/м^3 при t° 20°С. Агрегатное состояние – пары.

I. Общая часть

I. Определение основано на омылении метилнитроацетата раствором едкой щелочи с образованием метилового спирта, который определяют спектрофотометрически по реакции с хромотроповой кислотой.

2. Предел обнаружения 5 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения 0,4 мг/м^3 (при отборе I8 л воздуха)

4. Погрешность определения ± I0%

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,4 – 650 мг/м^3

6. Определению мешают формальдегид и органические соединения, образующие при омылении формальдегид

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

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы:

Стандартный раствор № I. В колбу емкостью 25 мл наливают I0 мл 0,I н раствора NaOH и взвешивают. Вносят 2–3 капли метилнитроацетата и взвешивают вторично. Объем раствора доводят до метки. По разности второго и первого взвешивания определяют навеску метилнитроацетата и вычисляют содержание его в I мл раствора.

Стандартный раствор № 2, содержащий I00 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № I.

Оба раствора готовят непосредственно перед употреблением.

Едкий натр, ГОСТ 4328–77, 0,I н раствор.

Серная кислота для пробы Саваля, ГОСТ 4204–77 и водный раствор (I:4).

Калий марганцовокислый, ГОСТ 204890–75

Натрий сернистокислый водный 33% раствор, ГОСТ I952–66.

Хромотроповая кислота или ее динатриевая соль, ТУ 6-09-3749-74

0,25 г хромотроповой кислоты растворяют в 5 мл воды и добавляют I25 мл концентрированной H_2SO_4. Готовить перед употреблением.

9. Применяемая посуда и приборы.

Аспирационное устройство

Поглотительные приборы с пористой пластинкой

Пробирки колориметрические с притертыми пробками высотой I50 мм, внутренним диаметром I5 мм.

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

Колбы мерные ГОСТ 1770-74 емкостью 25 и 100 мл

Баня водяная с электроподогревом

Спектрофотометр.

Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных прибора, содержащих по 5 мл 0,1 н раствора $NaOH$. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 7 л воздуха.

IУ. Описание определения

4 мл исследуемого раствора из каждого поглотительного прибора отдельно отбирают в колориметрическую пробирку, добавляют 0,5 мл серной кислоты (1:4) и 0,5 мл раствора $KMnO_4$. Раствор взбалтывают, оставляют на 5 мин и обесцвечивают, добавляя по каплям раствор Na_2SO_3, вносят 4 мл раствора хромотроповой кислоты, пробирку опускают на 15 мин в кипящую водяную баню и по охлаждении измеряют оптические плотности раствора в кювете с толщиной слоя 10 мм при длине волны 570 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Содержание метилнитроацетата в анализируемом объеке определяют по предварительно построенному калибровочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице 13.

Таблица I3

Шкала стандартов

Номер стандартов	I	2	3	4	5	6	7	8
Стандартный раствор № 2, мл	0	0,05	0,I	0,2	0,4	0,6	0,8	I,2
Раствор едкой щелочи 0,I Н, мл	4,0	3,95	3,9	3,8	3,6	3,4	3,2	2,8
Содержание метилнитроацетата, мкг	0	5	I0	20	40	60	80	I20

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам. Шкала устойчива I час.

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

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

g – количество метилнитроацетата, 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, взятый 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