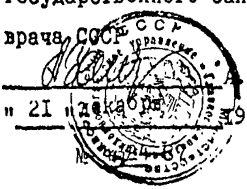
УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного

государственного санитарного

врача СССР

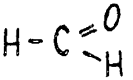


А.И.ЗАЙЧЕНКО

" 21 " декабря 198 г.

№ 2404-87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ *ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ФОРМАЛЬДЕГИДА В* ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ*



М.м. 30,03

Формальдегид (муравьиный альдегид) - бесцветный газ с резким запахом, т.кип. минус 19°С, плотн. 0,815 (ж) г/см^3, хорошо растворим в воде (30-40%-ный раствор - формалин), спирте, эфире.

В воздухе находится в виде паров.

Формальдегид действует раздражающе на слизистые оболочки верхних дыхательных путей, глаз и кожных покровов, обладает общей токсичностью, является сильным аллергеном.

ПДК 0,5 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на реакции взаимодействия формальдегида с ацетилацетоном в среде уксуснокислого аммония и последующем фотометрическом измерении оптической плотности окрашенного в желтый цвет продукта конденсации.

Отбор проб с концентрированием в поглотительный раствор.

---

* Спектрофотометрическая методика метрологически аттестована Тульским ОКБА НПО "Химавтоматика" и ВЦНИИОТ ВЦСПС.

gost.e-ecolog.ru

Нижний предел измерения концентрации формальдегида в фотометрируемом растворе 0,2 мкг/мл.

Нижний предел измерения формальдегида в воздухе 0,25 мг/м^3 (при отборе 4 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций формальдегида в воздухе от 0,25 до 3,0 мг/м^3.

Измерению формальдегида не мешают ацетальдегид, пропионовый и трихлоруксусный альдегиды, эпихлоргидрин, толуол, ксилол, фенол, ацетон, аммиак, хлороформ, муравьиная кислота, изобутилен, изопрен, диметилдиоксан, спирты: метиловый, этиловый, изо-пропиловый, бутиловый, диацетоновый.

Суммарная погрешность измерения формальдегида спектрофотометрическим методом составляет ± 6% (величина случайной составляющей ± 4%) при использовании: аспирационного устройства, проверенного, например, газовым счетчиком ГСБ-400; калиброванной посуды 2 класса и объемов растворов, указанных по тексту.

Время выполнения измерения 25 мин, включая отбор пробы.

П р и б о р ы, а п п а р а т у р а, п о с у д а

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Аспирационное устройство, проверенное газовым счетчиком ГСБ-400.

Поглотительные сосуды Зайцева или Петри.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 50-1000 мл.

Цилиндры измерительные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25-100мл.

Колбы конические вместимостью 200-250 мл с пришлифованными пробками.

Бюретки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 25 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 2,I5,20,25 мл без делений; I,2,5 и I0 мл с делениями.

Пробирки, ГОСТ I05I5-75, вместимостью I0-20 мл с пришлифованными пробками.

Резиновая груша.

Баня водяная (с высотой водяного слоя примерно I0 см).

Реактивы, растворы и материалы

Натрий гидрооксид, ГОСТ 4328-77, х.ч., 20%-ный раствор.

Соляная кислота, ГОСТ 3II8-77, х.ч., I0%-ный раствор.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат натрия), фиксанал, ТУ 6-09-2540-72, 0,I н. раствор.

Иод, фиксанал, ТУ 6-09-2540-72, 0,I н. раствор.

Крахмал растворимый, ГОСТ I0I63-76, I%-ный раствор.

Аммоний уксуснокислый, ГОСТ 3II7-78, ч.д.а., 20%-ный раствор.

Ацетилацетон, ГОСТ I0259-73*, ч.д.а., 0,4%-ный (объемн.) раствор.

Формалин 40%-ный и I%-ный растворы.

Стандартный раствор №1 с концентрац формальдегида примерно 0,5 мг/мл (соответствует 0,05%-ному раствору) готовят из I%-ного раствора формалина соответствующим разбавлением водой. Точное содержание формальдегида в полученном растворе определяют иодометрическим титрованием. Для этого 25 мл приготовлен-

---

* При появлении желтой окраски реактив следует предварительно перегнать (т.кип. I39°С при 746 мм рт.ст.).

ного стандартного раствора № I переносят в коническую колбу с пришлифованной пробкой вместимостью 200-250 мл, содержащую точно 25 мл 0,I н. раствора иода. Затем в колбу добавляют 2 мл 20%-ного раствора гидрооксида натрия, закрывают пробкой и оставляют смесь на I0 мин при комнатной температуре. После чего добавляют 5 мл I0%-ного раствора соляной кислоты и выдерживают снова I0 мин при комнатной температуре. Выделившийся иод титруют 0,I н. раствором тиосульфата натрия в присутствии 0,5 мл раствора крахмала, который добавляют перед концом титрования (когда титруемый раствор приобретет светло-желтую окраску). Одновременно в таких же условиях и в том же порядке проводят контрольное титрование с 25 мл дистиллированной воды.

Количество иода, израсходованного на реакцию с формальдегидом, определяют по разности объемов растворов тиосульфата натрия, израсходованных на контрольное титрование и на титрование стандартного раствора № I.

Массу формальдегида a (в мг), содержащегося в I мл стандартного раствора № I, рассчитывают по формуле:

$$a = \frac{[(25-V_2)-(25-V_1)]\,1{,}5015}{V_3} = \frac{V_1-V_2}{V_3}\cdot 1{,}5015$$

где V_1 - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на контрольное титрование, мл;

V_2 - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование стандартного раствора № I, мл;

V_3 - объем стандартного раствора № I, взятый на титрование (в данном случае 25 мл), мл;

25 - объем 0,I н. раствора иода, взятый на титрование контрольной и анализируемой проб, мл;

I,5015 - масса формальдегида, соответствующая I мл точно 0,I н. раствора иода, мг.

Стандартный раствор № I устойчив 0,5 года.

Стандартный раствор №2 с концентрацией формальдегида 5 мкг/мл готовят непосредственно перед применением соответствующим разбавлением дистиллированной водой стандартного раствора № I.

Раствор А, содержащий ацетилацетон и уксуснокислый аммоний, применяемый для построения градуировочного графика и для приготовления поглотительного раствора, готовят в день применения путем смешивания равных объемов растворов ацетилацетона и аммония уксуснокислого.

Поглотительный раствор готовят в день применения путем смешивания равных объемов воды и раствора А.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 0,5 - 0,9 л/мин аспирируют через поглотительный сосуд, содержащий 5 мл поглотительного раствора. Для измерения 0,5 ПДК следует отобрать 4 л воздуха.

Отобранные пробы устойчивы в течение 2 суток.

Подготовка к измерению

Градуировочные растворы (устойчивы в течение 2 суток) готовят согласно таблице.

Подготовленные градуировочные растворы перемешивают, помещают в пробирки и кипятят IO мин на водяной бане. После охлаждения растворов до комнатной температуры проводят измерение их оптических плотностей на спектрофотометре при длине волны 412 нм или на фотоэлектроколориметре в области длин волн 400-

соответствующего этой области спектра 450 нм с использованием γ светофильтра. Измерение проводят в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему формальдегид.

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс - соответствующие им величины концентраций формальдегида (в мкг/мл).

Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в месяц или в случае использования новой партии реактивов.

Таблица 42

Шкала градуировочных растворов

№ раствора	Стандартный раствор № 2 (пипетками без делений), мл	Раствор А (пипеткой без делений), мл	Дистиллированная вода, мл	Концентрация формальдегида в градуировочном растворе, мкг/мл
1	0	25,0	25,0	0
2	2	25,0	23,0	0,2
3	5	25,0	20,0	0,5
4	10	25,0	15,0	1,0
5	15	25,0	10,0	1,5
6	20	25,0	5,0	2,0
7	25	25,0	0	2,5

Проведение измерения

После прекращения отбора пробы раствор в поглотительном сосуде перемешивают, смывая адсорбировавшийся формальдегид со стенок входной трубки этим же раствором с помощью резиновой груши. Поглотительные сосуды с отобранной пробой воздуха и поглотительным раствором (раствор сравнения) помещают на 10 мин в кипящую водяную баню, охлаждают и измеряют оптическую плот-

ность аналогично градуировочным растворам.

Концентрацию формальдегида в анализируемой пробе находят по градуировочному графику.

Расчет концентрации

Концентрацию формальдегида С в воздухе (в мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot b}{V}$$, где

a - концентрация формальдегида в растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мкг/мл;

b - объем поглотительного раствора, мл;

V - объем воздуха (в л), отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (см. приложение I).

gost.e-ecolog.ru