МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ 1 - 5

МОСКВА ЦРИА «МОРФЛОТ»
1981

gost.e-ecolog.ru

УТВЕРЖДАЮ.
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР А. И. ЗАЙЧЕНКО
18 апреля 1977 г.
№ 1657—77

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГИДРАЗИНА В ВОЗДУХЕ

I. Общая часть

1. Определение основано на реакции гидразина с *п*-диметиламинобензальдегидом; образующийся при этом азин в присутствии кислоты превращается в соединение с хиноидной структурой, окрашенное в желтый цвет.

2. Предел обнаружения 0,1 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,04 мг/м³ (расчетная).

4. Определению мешают высшие спирты и некоторые первичные ароматические амины.

5. Предельно допустимая концентрация гидразина в воздухе 0,1 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

6. Применяемые реактивы и растворы.

Гидразингидрат, ч.д.а., ГОСТ 5832—65.

Стандартный раствор № 1 с содержанием 10 мкг/мл гидразина: 1 мл гидразина доводят в мерной колбе до 100 мл дистиллированной водой. 20 мл раствора вносят в колбу на 100—150 мл и титруют 1 н. раствором соляной кислоты с индикатором метиловым оранжевым. 1 мл 1 н. раствора соляной кислоты соответствует 32,05 мг гидразина Установив титрованием содержание гидразина в 1 мл раствора, соответствующим разбавлением готовят раствор № 1. Раствор устойчив в течение 4—5 дней.

Стандартный раствор № 2 с содержанием 1 мкг/мл гидразина готовят в день анализа разбавлением раствора № 1 в 10 раз

Соляная кислота, х.ч., ГОСТ 3118—67, 0,1, 1 н. и 5%-ный растворы.

Метиловый оранжевый, ГОСТ 10816—64, 1%-ный раствор

п-Диметиламинобензальдегид, ч., МРТУ 6-09-634—63, 5%-ный раствор в 5%-ном растворе соляной кислоты.

7. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство

Поглотительные приборы с пористой пластинкой (см рис. 3).

Пробирки колориметрические плоскодонные из бесцветного стекла высотой 120 мм, внутренним диаметром 15 мм

Пипетки, ГОСТ 20292—74, вместимостью 1,5 и 10 мл с делениями на 0,01 и 0,1 мл.

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

Бюретка, ГОСТ 20292—74, вместимостью 25 мл.

Капельница.

Колбы конические плоскодонные, ГОСТ 10394—63, вместимостью 100—150 мл.

Фотоэлектроколориметр.

III. Отбор пробы воздуха

8. Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных прибора с пористой пластинкой с 10 мл 0,1 н раствора соляной кислоты в каждом. Для определения $^1/_2$ ПДК необходимо отобрать 5 л воздуха.

IV. Описание определения

9. Из каждого поглотительного прибора 5 мл пробы вносят в колориметрические пробирки, добавляют по 0,5 мл 5%-ного раствора *п*-диметиламинобензальдегида, перемешивают и через 10 мин фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 1 см при длине волны 420 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Содержание гидразина в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно табл. 54.

Таблица 54

Шкала стандартов

№ стандарта	Стандартный раствор № 2, мл	Соляная кислота, 0,1 н. раствор, мл	Содержание гидразина, мкг
1	0	5,0	0
2	0,1	4,9	0,1
3	0,2	4,8	0,2
4	0,4	4,6	0,4
5	0,6	4,4	0,6
6	0,8	4,2	0,8
7	1,0	4,0	1,0

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность и строят график. Шкалой стандартов можно пользоваться для визуального определения, в этом случае ее готовят в колориметрических пробирках одновременно с пробами. Шкала стандартов устойчива в течение 2—3 ч.

Концентрацию гидразина в мг/м³ воздуха X вычисляют по формуле:

$$X = \frac{GV_1}{VV_{20}},$$

где G — количество гидразина, найденное в анализируемом объеме раствора, мкг;

V_1 — общий объем пробы, мл;

V — объем пробы, взятый для анализа, мл;

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

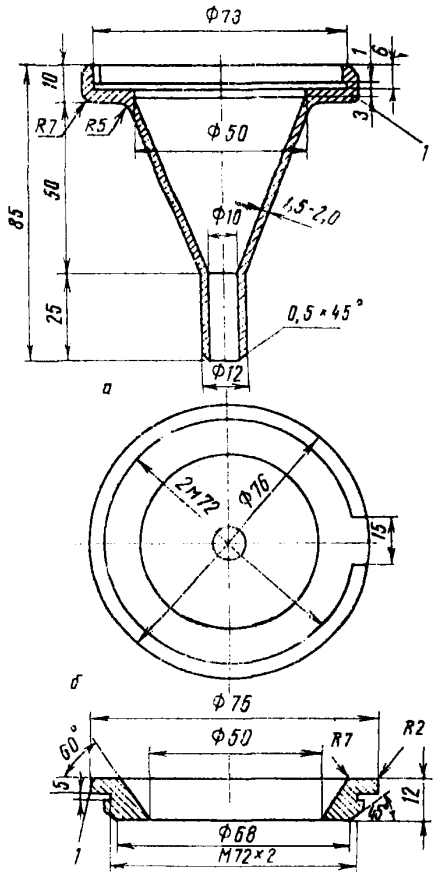


Рис. 1. Аллонж открытый (патрон для фильтра):
а — корпус; *б* — гайка; *1* — накатка

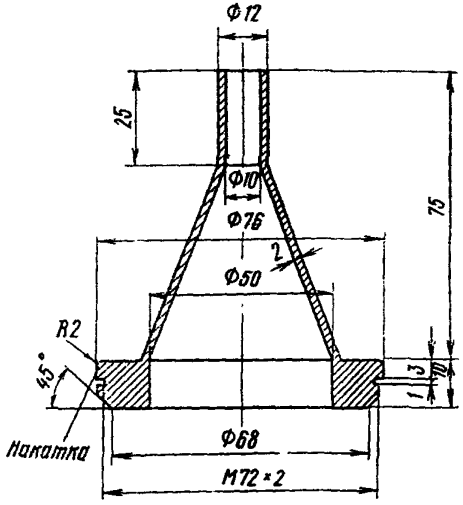


Рис. 2. Крышка закрытого аллонжа

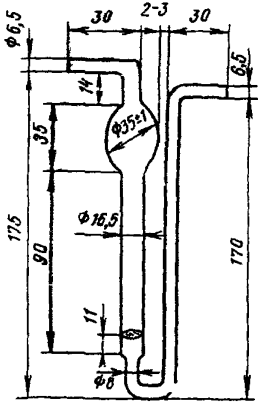


Рис. 3. Поглотительный прибор с пористой пластинкой

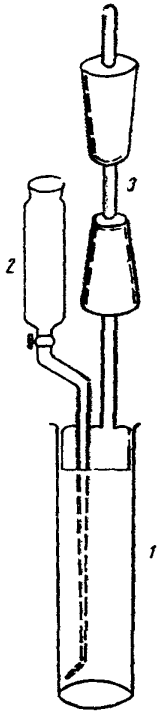


Рис. 4. Прибор для получения мышьяковистого водорода:
1 — пробирка с пришлифованной пробкой;
2 — делительная воронка;
3 — индикаторная трубка Бальской

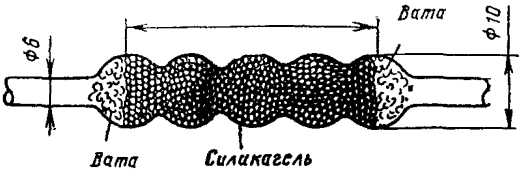


Рис. 5 Трубка стеклянная гофрированная

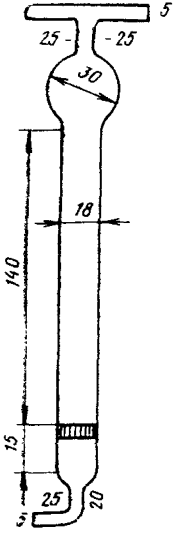


Рис. 6. Поглотительный прибор Яворовской

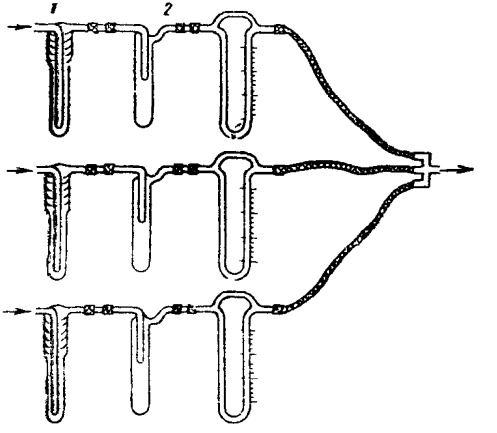


Рис. 7. Схема отбора проб воздуха на тетраэтилсвинец

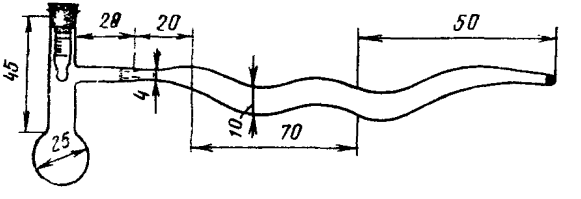


Рис. 8 Микроприбор для перегонки трихлорсилана

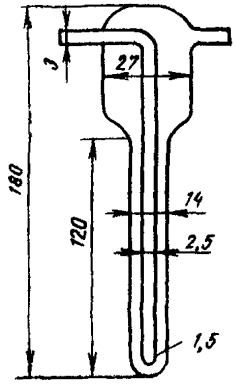


Рис. 9. Поглотительный прибор Зайцева

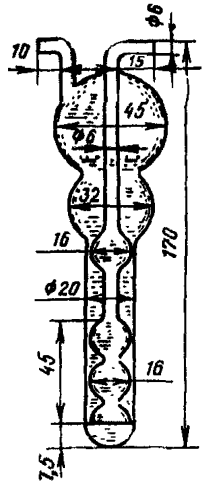


Рис. 10. Поглотительный прибор Рихтера

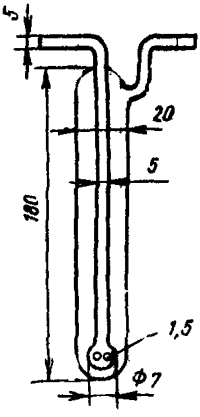


Рис. 11. Поглотительный прибор Петри

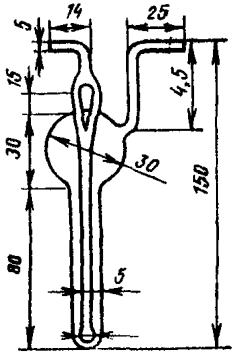


Рис. 12. Поглотительный прибор Полежаева

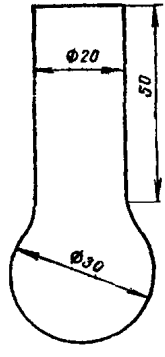


Рис. 13. Колба из тугоплавкого стекла

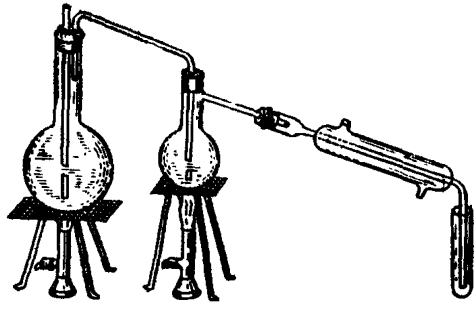


Рис. 14. Прибор для перегонки с водяным паром

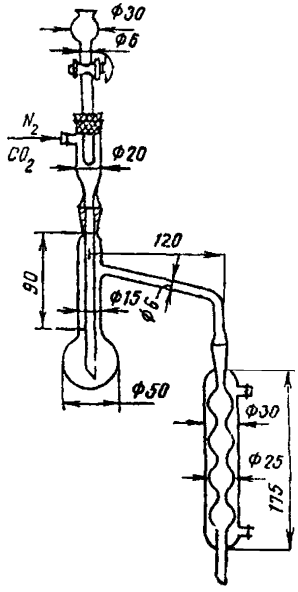


Рис. 15. Прибор для дистилляции

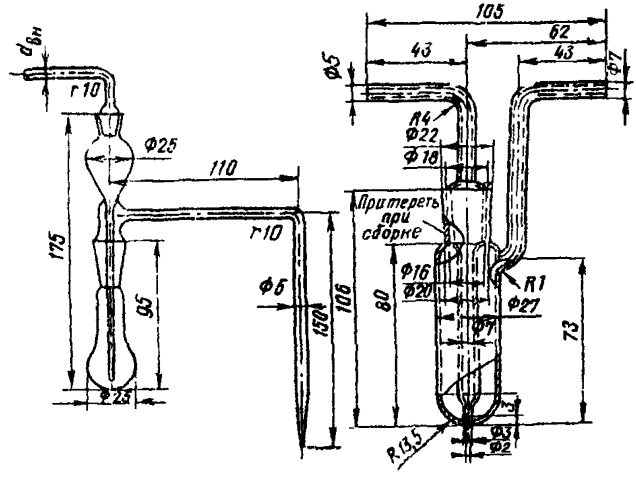


Рис 16. Приборы для разрушения хлорорганических ядохимикатов

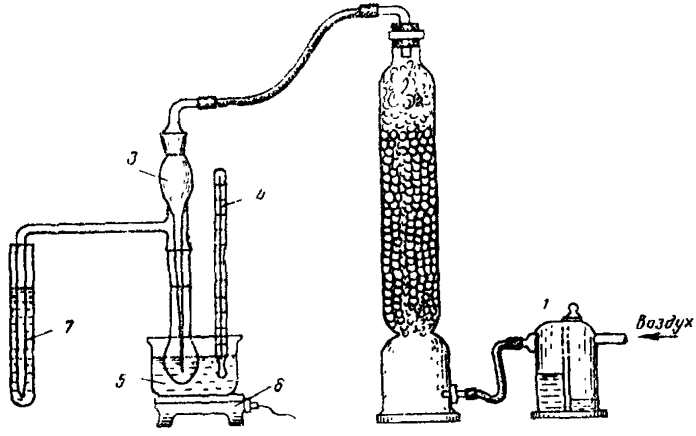


Рис. 17. Установка для определения хлорорганических инсектицидов:
1 — склянка Тищенко с серной кислотой; *2* — поглотитель с натронной известью; *3* — прибор для разрушения хлорорганических инсектицидов; *4* — термометр; *5* — парафиновая баня; *6* — электрическая плитка; *7* — пробирка-приемник

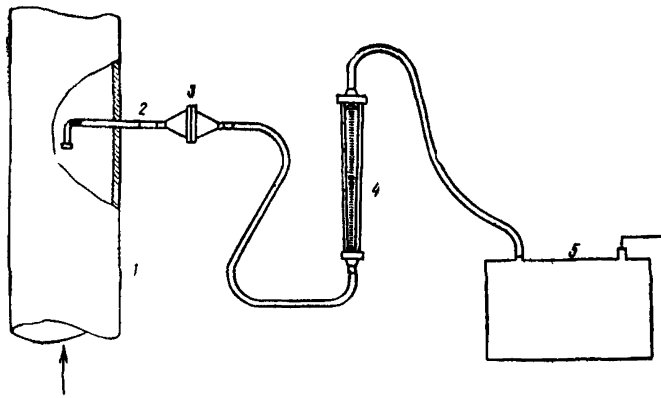


Рис. 18. Схема отбора проб пыли методом внешней фильтрации:
1 — воздуховод; *2* — пылеотборная трубка; *3* — аллонж с фильтром; *4* — ротаметр; *5* — аспиратор

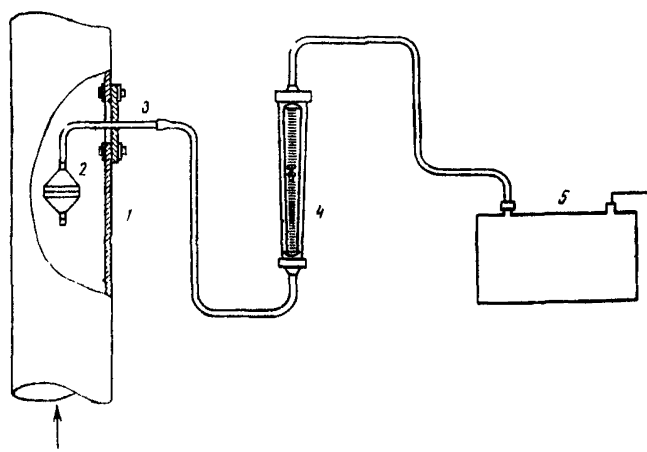


Рис. 19. Схема отбора проб пыли методом внутренней фильтрации:
1 — воздуховод; *2* — аллонж с фильтром; *3* — металлическая трубка; *4* — ротаметр; *5* — аспиратор

Расчет концентрации вредного вещества в воздухе

В соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—76 объем воздуха, аспирированного при отборе проб, приводят к стандартным условиям: температуре 20°С и барометрическому давлению 101,33 кПа (760 мм рт. ст.) по формуле:

$$V_{ст}=V_t\frac{(273+20)P}{(273+t)\,101{,}33}=V_t K,$$

где V_t — объем воздуха, измеренный при t°С и давлении 101,33 кПа.

Для упрощения расчетов пользуются коэффициентами K (приложение 3), вычисленными для температур в пределах от 6 до 40°С и давлений от 97,33 до 104,0 кПа (730—780 мм рт. ст.)

В сборниках ТУ, некоторых МУ и во многих практических руководствах по санитарной химии в составе приложений имеются таблицы коэффициентов пересчета объема воздуха к нормальным условиям (0°С и 101,33 кПа).

Численные значения коэффициентов в этих таблицах приведены с точностью до четвертого знака для температур от 5 до 40°С с интервалом в 1° и давлений от 730 до 780 мм рт. ст. с интервалом в 2 мм рт. ст.

Однако нет практической надобности в столь многозначных и слишком подробных таблицах, так как максимальная погрешность четырехзначных коэффициентов составляет всего лишь ±0,006%. Согласно ГОСТ 12.1.005—76 погрешность измерения объема воздуха не должна превышать ±10%, поэтому точность коэффициентов пересчета на уровне ±1% следует считать вполне достаточной.

Коэффициенты K для приведения объема воздуха к стандартным условиям

t°С	Давление P, кПа/мм рт. ст.					
	97,33/730	98,66/740	100/750	101,33/760	102,7/770	104/780
6	1,009	1,023	1,036	1,050	1,064	1,078
8	1,002	1,015	1,029	1,043	1,560	1,070
10	0,994	1,008	1,022	1,035	1,049	1,063
12	0,987	1,001	1,015	1,028	1,042	1,055
14	0,981	0,994	1,007	1,021	1,034	1,048
16	0,974	0,987	1,001	1,014	1,027	1,040
18	0,967	0,980	0,994	1,007	1,020	1,033
20	0,961	0,974	0,987	1,000	1,013	1,026
22	0,954	0,967	0,980	0,993	1,006	1,019
24	0,948	0,961	0,974	0,987	1,000	1,012
26	0,941	0,954	0,967	0,980	0,993	1,006
28	0,935	0,948	0,961	0,973	0,986	0,999
30	0,929	0,942	0,954	0,967	0,980	0,992
32	0,923	0,935	0,948	0,961	0,973	0,986
34	0,917	0,929	0,942	0,954	0,967	0,979
36	0,911	0,923	0,936	0,948	0,961	0,973
38	0,905	0,917	0,930	0,912	0,955	0,967
40	0,899	0,911	0,924	0,936	0,948	0,961

ΔP	1	2	3	4	5	6	7	8	9
ΔK	1	3	4	5	7	8	9	10	12

Искомый коэффициент K, пользуясь упрощенной таблицей, находят в соответствии со следующей схемой:

$$K=K_{\text{табл}}+\Delta K_t+\Delta K_p,$$

где ΔK_t — поправка на температуру;

ΔK_p — поправка на давление.

1. Численное значение давления P, путем исключения единиц, округляют до целого числа, кратного десяти ($P_{\text{табл}}$)

$$P=P_{\text{табл}}+\Delta P.$$

2. В графе P находят коэффициент, соответствующий заданной температуре. Если цифра °С нечетная, то выписывают значение коэффициента при температуре $t+1$ (ближайшее снизу число) и увеличивают его третий знак на 3 единицы (т. е. прибавляют 0,003).

3. Поправку на ΔP определяют по таблице пропорциональных частей, приведенной (снизу) основной таблицы.

Примеры. Требуется определить коэффициент K для следующих параметров окружающей среды:

№ п/п	t°С	$P_{\text{мм рт.ст.}}$	$P_{\text{табл}}+\Delta P$	$K_{\text{табл}}+\Delta K_t$	ΔK_p	K
1	18	750	750+0	0,994+0	0,000	0,994
2	5	788	780+8	1,078+0,003	0,010	1,091
3	23	743	740+3	0,961+0,003	0,004	0,968
4	29	732	730+2	0,929+0,003	0,003	0,935
5	22	781	780+1	1,019+0	0,001	1,020

В первом примере значение искомого коэффициента берется непосредственно из таблицы. В тех случаях, когда цифра t°С нечетна (примеры 2, 3 и 4), выписывают $K_{\text{табл}}$, соответствующий $P_{\text{табл}}$ и температуре $(t+1)$°С и прибавляют к нему 0,003.

Поправку на излишек единиц ΔP определяют по вспомогательной таблице (их значения вписаны в графу ΔK_p).

Величину коэффициента K определяют как сумму поправок на температуру и давление и $K_{\text{табл}}$ (графа K).

В примере 5 ввиду четности цифры t°С поправка на температуру отсутствует.

gost.e-ecolog.ru