

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

**по измерению концентраций
вредных веществ в воздухе
рабочей зоны**

(переработанные и дополненные техни-
ческие условия, ВЫПУСКИ № 6-7)

Москва, 1982 г.

Сборник методических указаний составлен на основе ранее опубликованных выпусков технических условий № 6-7. Включенные в сборник методики переработаны в соответствии с требованиями ГОСТ'a И2.1.005-76. Некоторые устаревшие методики заменены новыми.

Настоящие Методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле и имеют ту же юридическую силу, что и Технические условия.

Методические указания подготовлены сотрудниками лаборатории санитарно-химических методов исследования Института гигиены труда и профессиональных заболеваний АМН СССР.

Редакционная коллегия: М.Д.Бабяна, С.И.Муравьева,
Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

Утверждаю

Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

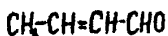
(Подпись) А.И. Заиченко

"12" *сентября* 1982г.

№ *2524*

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ КРОТОНОВОГО
АЛЬДЕГИДА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



$M = 70,09$

I. Характеристика метода

Определение основано на реакции азосочетания кротонОВОГО альдегида с диазотированной **сульфаниловой** кислотой в кислой среде с образованием красителя желтого цвета.

Отбор проб проводится с концентрированием на силикагель.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 1 мкг.

Предел измерения в воздухе - 0,1 мг/м³ (при отборе 10 л).

Диапазон измеряемых концентраций 0,1-1,4 мг/м³.

Определению не мешают формальдегид, кетоны, окислы азота. Ацетальдегид, бензальдегид, пропионовый, масляный, изовалериановый и коричный альдегиды не мешают определению до 50 мкг.

Акролеин мешает определению. Поэтому для определения кротонОВОГО альдегида, в присутствии акролеина следует пользоваться методикой с предвари-

тельным разделением производных этих альдегидов в томном слое окислителя в системе этиловый спирт - хлороформ (1:1), в которой величина R_f пропилового альдегида равна 0,43. Методика опубликована в IX выпуске ТУ.

Граница погрешности измерения пропилового альдегида $\pm 9,5\%$.

Предельно допустимая концентрация пропилового альдегида в воздухе - $0,5 \text{ мг/м}^3$.

2. Реактивы и растворы

Пропиловый альдегид, ТУ АИ -244-69, ч., сверхчистой.

Основной раствор пропилового альдегида. Готовят растворением точной навески в мерной колбе на 250 мл в разбавленной соляной кислоте (1:300).

Стандартный раствор пропилового альдегида с содержанием 10 мг/мл. Готовят соответствующим разбавлением основного раствора перед употреблением.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-67, разбавленная водой в отношении 1:4 и 1:300.

Кислота серная, ГОСТ 4204-66, разбавленная водой в отношении 1:4.

Натрий азотистокислый, ГОСТ 4197-65, 0,3% раствор.

Натр едкий, ГОСТ 4328-66, 2% раствор.

Кислота сульфаниловая, ГОСТ 5821-69.

Кислота азотная, ГОСТ 4461-67, разбавленная 1:3.

Сульфанилат натрия. 8г безводной сульфаниловой кислоты растворяют в 150 мл 2% раствора едкого натра. Раствор сохраняет 2 суток.

Силикагель крупнопористый, марки МСК (фракция 0,25-0,5мм), очищенный от примесей. Для этого силикагель кипятят в течение 1 часа с азотной кислотой (разбавленной 1:3). Затем промывают дистиллиро-

ванной водой до нейтральной реакции промывных вод и сушат в сульфальном шкафу при 120-130°C. Дрялят в стеклянке с притертой пробкой.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Лампа водяная.

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

Шпатель, ГОСТ 20896-74, емкостью 1,2,5 и 10 мл.

Колос мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25мл.

Трубки стеклянные для отбора проб длиной 80мм, диаметром 3мм.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух аспирирует со скоростью 0,5 л/мин через трубку, содержащую 1-1,5см³ силикагеля, в течение 8 минут.

Для определения 1/2 ЦДК кротонового альдегида достаточно отобрать 4л воздуха в течение 8 минут. После отбора трубку закрывают стеклянными заглушками.

Условия анализа.

Силикагель переносят в пробирку, добавляют 6,5 мл соляной кислоты (1:300) и оставляют на 10 минут, периодически встряхивая. Из каждой пробы отбирают по 2,5 мл полученного раствора в две колориметрические пробирки. В первую пробирку (раствор сравнения) приливают 1,5 мл сульфанилата натрия и выдерживают 5-7 минут. Затем в обе пробирки последовательно добавляют по 0,2мл соляной кислоты (1:4) и 0,2мл 0,3% раствора нитрита натрия. После чего во вторую пробирку (рабочий раствор) добавляют 1,5 мл сульфанилата натрия. Через 1-2 минуты в обе пробирки добавляют по 1 мл серной

кислоты. Оптическую плотность рабочего раствора измеряют в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны 435 мμ, относительно раствора сравнения. При работе на фотоэлектроколориметре применяют синий светофильтр.

Использование в качестве раствора сравнения части пробы, отобранной указанным способом, позволяет устранить мешающее действие других соединений, способных к образованию окрашенных продуктов с диазотированной сульфаниловой кислотой. Предварительное добавление сульфанилата натрия связывает только акрокси и кротоновый альдегид. Остальные альдегиды в щелочной среде не связываются. Поэтому раствор сравнения имеет меньшую оптическую плотность, чем рабочий раствор.

В тех же условиях готовят шкалу стандартов, согласно таблице

Таблица 22.

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор, Юмкг/мл, мл	Соляная кислота (1:300), мл	Содержание кротонного альдегида, мкг
1	0	6,5	0
2	0,1	6,4	1
3	0,2	6,3	2
4	0,4	6,1	4
5	0,6	5,9	6
6	0,8	5,7	8
7	1,0	5,5	10
8	1,2	5,3	12
9	1,4	5,1	14

Для этой шкалы стандартный раствор наносят на 1-1,5 см² силикагеля, помещенного в просирки, и обрабатывают указанным объемом соляной

кислоты (1:300). Содержимое пробирок встряхивают в течение 5 минут. Для анализа из каждой пробирки отбирают по 2,5 мл раствора, добавляют по 0,2 мл соляной кислоты (1:4), по 0,2 мл 0,3% раствора нитрита натрия и по 1,5 мл сульфанилата натрия. Через 1-2 минуты добавляют по 1 мл серной кислоты (1:4). Измеряют оптическую плотность растворов и строят градуировочный график.

Концентрацию кротоньвого альдегида в мг/м^3 воздуха/X/ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G}{V_{20}}, \text{ где}$$

G - количество вещества, найденное по градуировочному графику во всем объеме пробы, мг

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

Приложение I.

Формула приведения объема воздуха
к стандартным условиям

Согласно требованиям ГОСТ'a 12.1.005-76 объем отобранного воздуха приводит к стандартным условиям - температуре 20°C и барометрическому давлению 101,33 кПа /760 мм рт.ст./ по формуле:

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

V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, кПа;

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °C.

Для упрощения расчетов используются коэффициенты K /приложение 2/, вычисленными для температур в пределах от минус 30 до плюс 30°C и давлений от 97,33 до 101,86 кПа /730-764 мм рт.ст./.

Коэффициенты К для приведения объема воздуха к стандартным условиям.

°C	Давление P, кПа/мм.рт.ст.									
	97,23/730	97,85/734	98,4/738	98,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,73/760	101,86/764
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
-6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
-2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0725	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9999	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9287	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9168	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 9

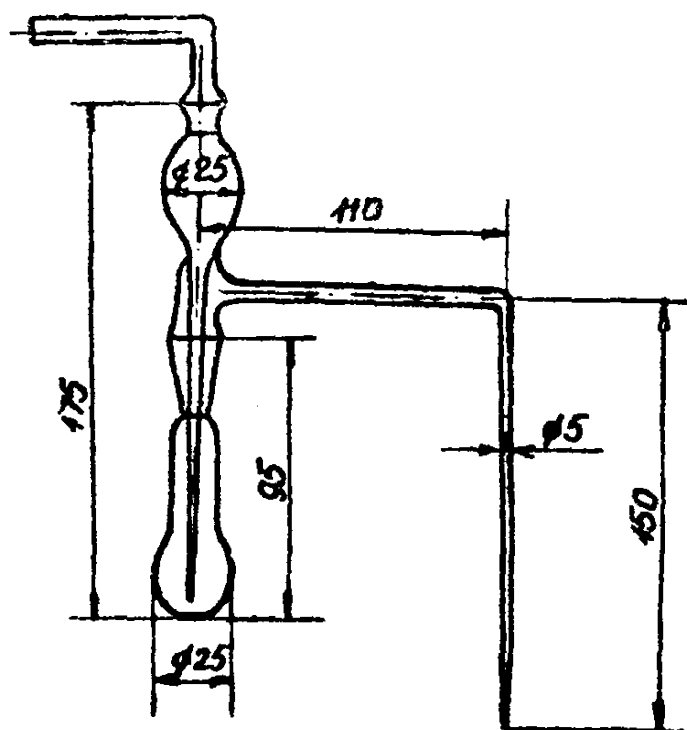


Рис. I Прибор для сжигания хлорорганических
ядовых веществ

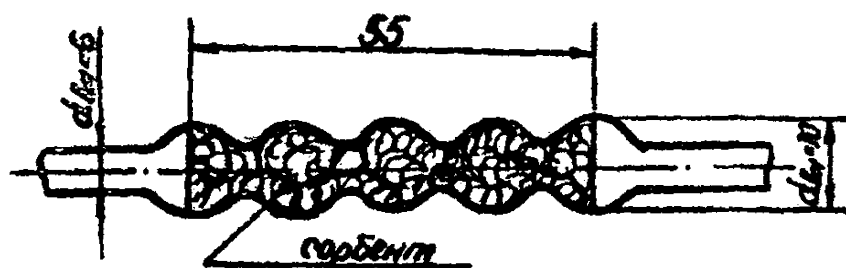


Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

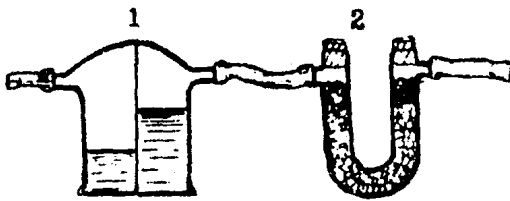


Рис. 3 Очистительная система. 1-сдвиг Тищенко, 2- поглотитель с нагронной известью.

Приложение 4.

Список институтов, представивших новые методики
в данный сборник

Наименование методики	1	Наименование института
	1	2
Фотометрическое определение акрилонитрила		Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение акриловой и метакриловой кислот		" - "
Фотометрическое определение аллилового спирта		" - "
Фотометрическое определение хлористого метила и хлористого этила		" - "
Фотометрическое определение 3,4-дихлорпропионаля		" - "
Фотометрическое определение толуолдиамин		" - "
Спектрофотометрическое определение карбазола		Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение кротонного альдегида		Штаб военизированных горноспасательных частей Урала /г. Свердловск/
Фотометрическое определение 1- и 2-метилнафталинов		Донецкий институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение аценафтена		" - "
Фотометрическое определение коллидина		" - "
Газохроматографическое определение метилнафталина и нафталина		Ангарский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение хлорной ртути /с/элементы/		" - "

1	2
Определение хлорной ртути методом атомно-абсорбционного анализа	Лугарской институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение нафталина	Белорусский санитарно-гигиенический институт
Определение ртутьорганических соединений	Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение эфирсульфоната	" " "
Хроматографическое определение этилртути	ИНИИГИНТОКС
Фотометрическое определение этилртути	Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение дихлорэтана	Новосибирский санитарный институт
Фотометрическое определение окиси азота	" " "

СОДЕРЖАНИЕ

стр.

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций этилбензена в воздухе	3
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций ацетальдегида в воздухе	7
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акрилонитрила в воздухе	13
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акриловой и метакриловой кислот в воздухе	16
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций акриловой и метакриловой кислот в воздухе	20
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аллилового спирта в воздухе	24
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций первичных алифатических аминов в воздухе	28
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 2-амино-1,3,5-триметилбензола в воздухе	33
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-анилина в воздухе	36
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций бериллия в воздухе	40
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилтолуола в воздухе	45
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дихлорэтана в воздухе	49
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диоксана в воздухе	53
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дикумилметана в воздухе	68
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диметилового эфира терефталевой кислоты в воздухе	62

Методические указания по фотометрическому измерению концентрации диоксида азотной кислоты в воздухе	66
Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3,4-дихлорпропионацилила в воздухе	71
Методические указания по фотометрическому измерению концентрации изопрена в воздухе	75
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций суммы карбониллов кобальта и продуктов их разложения в воздухе	80
Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций карбазола в воздухе	84
Методические указания по фотометрическому измерению концентрации коллидина	88
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций карбина, тиодана, атразина и хлоразина в воздухе	91
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций кротонового альдегида в воздухе	100
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций малеинового ангидрида в воздухе	105
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций окиси мезитила в воздухе	109
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 1- и 2-метилнафталинов в воздухе	113
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилнафталина и нафталина в воздухе .	117
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нафталина в воздухе	121
Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций нафталина в воздухе	125
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нитроформа в воздухе	129
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций пентахлорэтона и гексахлорэтона	133