

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ**

Выпуск XVIII

Москва, 1983 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ**

Выпуск XVIII

Москва, 1983 г.

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

Выпуск XVIII

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

**Редакционная коллегия : Мельникова Л.В., Беляков А.А.,
Бабина И.Д., Овечкин В.Г.**

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государствен-
ного санитарного врача СССРМихайлов А.И. ЗАЙЧЕНКО"24" Июня 1983 г.№ 2419-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ АКРОЛЕИНА В ВОЗДУХЕ



Акролеин – бесцветная, летучая жидкость с неприятным запахом, плотность 1,841 при 20°С, т.кип. 52,5°, т.пл. – 87,7°, растворяется в воде (40 г на 100 г при 20°С).

Агрегатное состояние – пары.

I. Общая часть

1. Определение основано на взаимодействии акролеина с сульфаниловой кислотой при pH 1,5–2,5 с образованием окрашенного в желтый цвет красителя.

2. Предел обнаружения 1 мкг в 6 мл пробы.
3. Предел обнаружения в воздухе 0,1 мг/м³ (при отборе 10 л воздуха)
4. Погрешность определения ± 9,5%.
5. Диапазон измеряемых концентраций от 0,1 до 1,4 мг/м³.
6. Определению не мешают кетоны, формальдегид, окислы азота.
7. Предельно допустимая концентрация акролеина в воздухе 0,2 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

8. Реактивы и применяемые растворы.

Акролеин, свежезерганный с т.кип. 52,5°С.

Стандартный раствор акролеина № I. Готовят растворением 30–40 мг (2–3 капли) акролеина в соляной кислоте I : 300 в мерной колбе на 25 мл.

Стандартный раствор № 2 с содержанием 0,01 мг/мл. Готовят соответствующим разведением стандартного раствора № I соляной кислотой I:300. Растворы устойчивы в течение рабочего дня.

Натр едкий, ГОСТ 4328-77, 2% раствор.

Сульфаниловая кислота, ГОСТ 5821-78.

Натрия сульфанилат. Готовят растворением 8 г сульфаниловой кислоты в 150 мл 2% раствора едкого натра.

Натрий азотистокислый, ГОСТ 4197-74, 0,3% водяной раствор.

Серная кислота, ГОСТ 4204-77, чла, разбавленная водой в отношении I : 4.

Соляная кислота, ГОСТ ЗП18-77, разбавленная водой в отношении I. 1 и I:300.

Силикагель крупнопористый марки МСК, размер зерен 0,25 – 0,5 мм. Просеивают через сито с диаметром отверстий 0,25–0,5 мм, переносят в колбу или стакан, заливают горячей азотной кислотой I:3 и кипятят в течение I ч. Промывают теплой водой и сушат при 100°C. Хранят в посуде с притертой пробкой.

9. Применяемые посуда и приборы

Аспирационное устройство.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1,2,5 и 10 мл.

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

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Пробирки колориметрические с притертymi пробками, высотой 120 мм, внутренним диаметром 15 мм.

Колба Вюрца, вместимостью 50 мл.

Фотоалектроколориметр.

Стеклянная трубка длиной 50 мм., диаметром 3 мм.

III. Отбор пробы воздуха

I . Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через стеклянную трубку, содержащую 1-1,2 см³ силикагеля. Для определения концентрации паров акролеина на уровне 1/2 ПДК следует отобрать 10 л воздуха. Пробы сохраняются 1 сутки.

IV. Описание определения

II. Силикагель из трубы ссыпают в пробирку, заливают 6,5 мл соляной кислоты I : 500 и оставляют на 10 мин, изредка встряхивая. Отбирают пипеткой по 2,5 мл пробы в две колориметрические пробирки. В одну из пробирок приливают 1,5 мл сульфанилата натрия для приведения акролеина в недеятельный комплекс и выдерживают 5-7 мин. Этот раствор при измерении служит холостой пробой. После чего в обе пробирки приливают по 0,2 мл соляной кислоты I : 4, 0,2 мл 0,3% раствора нитрита натрия и затем во вторую пробирку приливают 1,5 мл сульфанилата натрия. Оставляют обе пробирки на 1,5-2 мин. Измеряют оптические плотности растворов в кювете с толщиной слоя 10 мм при длине волны 435 НМ. Содержание акролеина определяют по градуировочному графику. Для построения графика готовят шкалу стандартов согласно табл.24.

Таблица 24

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор № 2, мл	Соляная к-та (I:300), мл	Содержание акролеина в анализируемом растворе, мкг
0	0	6,5	0
1	0,1	6,4	1
3	0,4	6,1	4
4	0,6	5,9	6
5	0,8	5,7	8
6	1,0	5,5	10
7	1,2	5,3	12
8	1,4	5,1	14

* Для приготовления холостой пробы из любого стандарта берут 2,5 мл и обрабатывают вышеуказанным способом

В ряд пробирок с притертymi пробками насыпают по 1-1,2 см³ силикагеля и отмеряют 0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,9; 1,0; 1,2; 1,4 мл стандартного раствора акролеина с содержанием 0,01 мг/мл и 6,5; 6,4; 6,3; 6,1; 5,9; 5,7; 5,5; 5,3; 5,1 соляной кислоты I : 300. Встряхивают пробирки в течение 10 мин. Из отстоявшегося над силикагелем слоя жидкости отбирают из каждой пробирки по 2,5 мл раствора. Затем приливают в эти пробирки последовательно 0,2 мл соляной кислоты I : 4, 0,3% раствора нитрита и 1,5 мл сульфанилата натрия. Выдерживают 1,5-2 мин и приливают 1 мл серной кислоты I:4. Измеряют оптическую плотность растворов и строят градуировочный график. Шкала стандартов устойчива в течение 2-х суток.

Концентрацию акролеина в мг/м³ воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G}{V_{20}} ,$$

где: G - количество акролеина, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг (коэффициент пересчета на весь объем пробы не вводится, поскольку шкала стандартов готовится аналогичным образом).

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

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

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, °С

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

Приложение 2

КОЭФФИЦИЕНТЫ

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20⁰С и атмосферное
давление 101,33 кПа

°C	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
-30	I,I582	I,I646	I,I709	I,I772	I,I836	I,I899	I,I963	I,2026	I,2058	I,2122	I,2185
-26	I,I393	I,I456	I,I519	I,I581	I,I644	I,I705	I,I768	I,I831	I,I862	I,I925	I,I986
-22	I,I2I2	I,I274	I,I336	I,I396	I,I458	I,I519	I,I581	I,I643	I,I673	I,I735	I,I795
-18	I,I036	I,I097	I,I158	I,I2I8	I,I278	I,I338	I,I399	I,I460	I,I490	I,I551	I,I6II
-14	I,0866	I,0926	I,0986	I,1045	I,II05	I,II64	I,I224	I,I284	I,I3I3	I,I373	I,I432
-10	I,070I	I,0760	I,08I9	I,0877	I,0936	I,0994	I,I053	I,III2	I,II4I	I,I200	I,I258
-6	I,0540	I,0599	I,0657	I,07I4	I,0772	I,0829	I,0887	I,0945	I,0974	I,I032	I,I039
-2	I,0385	I,0442	I,0499	I,0556	I,06I3	I,0669	I,0726	I,0784	I,08I2	I,0869	I,0925
0	I,0309	I,0366	I,0423	I,0477	I,0535	I,059I	I,0648	I,0705	I,0733	I,0789	I,0846
+2	I,0234	I,029I	I,0347	I,0402	I,0459	I,05I4	I,057I	I,0627	I,0655	I,07I2	I,0767
+6	I,0087	I,0I43	I,0I98	I,0253	I,0309	I,0363	I,04I9	I,0475	I,0502	I,0557	I,06I2
+10	0,9944	0,9999	I,0054	I,0I08	I,0I62	I,02I6	I,0272	I,0326	I,0353	I,0407	I,0462
+14	0,9806	0,9860	0,99I4	0,9967	I,002I	I,0074	I,0I28	I,0I83	I,0209	I,0263	I,03I6
+18	0,967I	0,9828	0,977R	0,9850	0,9884	0,9936	0,9989	I,0043	I,0069	I,0I22	I,0I75

C	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053	1,0105
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	1,0036
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917	0,9968
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851	0,9902
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9482	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595	0,9644
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471	0,9520

221

Приложение 3

Рисунки к сборнику № 18 "Методические указания по методам определения вредных веществ в воздухе".

Рис.1 Стеклянная трубка с пористой пластинкой.

Рис.2 Схема динамического диффузионного дозатора:

- 1 - сатуратор.
- 2 - тройник - капилляр.
- 3 - капиллярная колонка.
- 4 - сборник.

Рис.3 Концентрационная трубка:

- 1 - стеклянная сетка, вставленная в трубку.
- 2 - стекловата.
- 3 - адсорбент.

Рис.4 Патрон плексигласовый для отбора проб воздуха:

- 1 - штуцер.
- 2 - ниппель
- 3, 5 - кольцо
- 4 - фильтр

Рис.5 Схема установки для отбора пробы воздуха:

- 1 - сорбционная трубка
- 2 - перфорированная перегородка с отверстиями $d=0,8\text{мм}$.
- 3 - Г - образная стеклянная переходная трубка.
- 4 - поглотительные сосуды Рихтера.
- 5 - резиновые муфты.

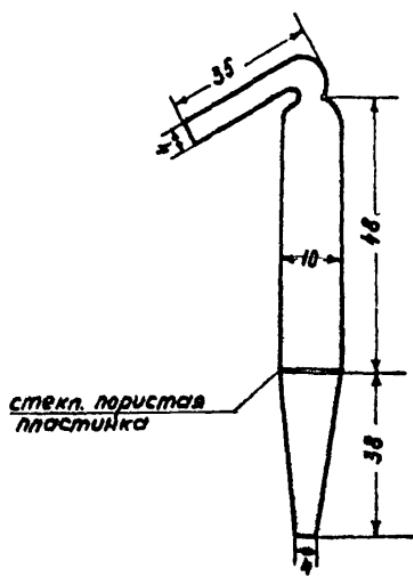


Рис. I. Стеклянная трубка с пористой пластинкой
для отбора проб воздуха

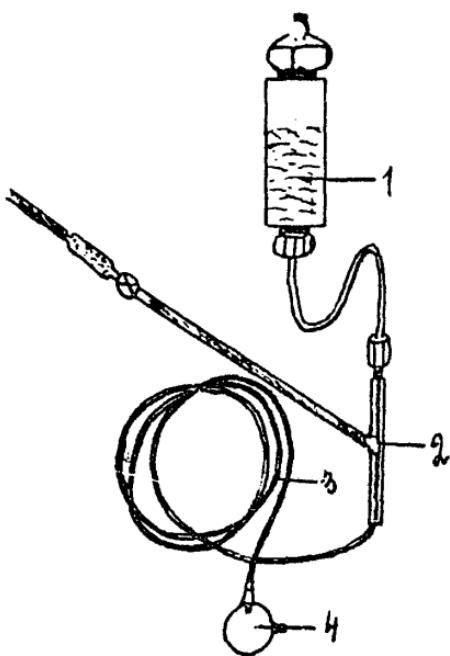


Рис. 2. Схема динамического диффузионного дозатора.

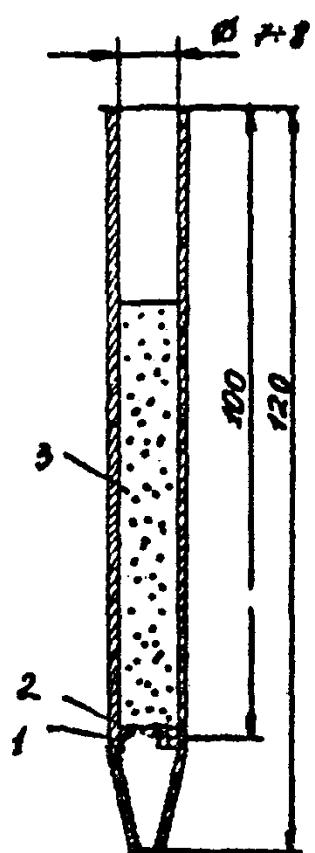


Рис.3. Концентрационная трубка

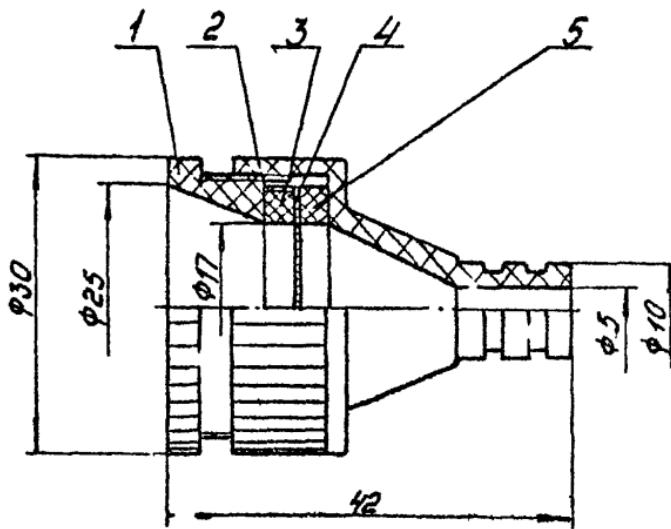


Рис. 4 Патрон пленкоигласовый
для отбора проб воздуха.

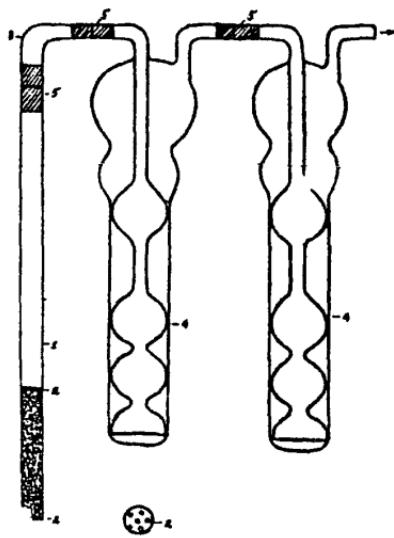


Рис. 5. Схема установки для отбора пробы воздуха.

Приложение 4

ПЕРЕЧЕНЬ

учреждений, представивших методические указания в данный
сборник

№ п/п	Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание
1	Методические указания по газохроматографическому определению бальзама лесного "А" в воздухе	Белорусский санитарно-гигиенический институт
2	Методические указания по методам определения вернами в воздухе	Кievский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
3	Методические указания по газохроматографическому определению гексахлорбензола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
4	Методические указания по газохроматографическому определению гексафторида серы в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
5	Методические указания по хроматографическому определению 4,4'-диодифенил-бис-малеимида в воздухе	ГорСЭС г.Москвы
6	Методические указания по газохроматографическому определению 2,3-дихлорпропена в воздухе	Новосибирский НИИ гигиены
7	Методические указания по газохроматографическому определению дихлорэтана, псевдокумола, моно- и дихлорметил-псевдокумола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
8	Методические указания по газохроматографическому определению изооутилового спирта в воздухе	Институт биофизики Минздрава СССР, г. Москва
9	Методические указания по газохроматографическому определению изомеров хлортолуола в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
10	Методические указания по газохроматографическому определению метил-трет-бутилового эфира в воздухе	Ярославский НИИ изомеров для СК
11	Методические указания по газохроматографическому определению метилтолуолата, динила и димстилтерефталата в воздухе	Белорусский санитарно-гигиенический институт

- 12 Методические указания по газохроматографическому определению метилренилдиметоксисилана в воздухе СЭС г.Данков
- 13 Методические указания по газохроматографическому определениюmono-нитронафтилана и изомеров I,5 и I,8 -дикнитронафтилана в воздухе ИИИ гигиени труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
- 14 Методические указания по хроматографическому определению пиридона и нитропиридона в воздухе -"
- 15 Методические указания по газохроматографическому определению пропионового альдегида в воздухе ВНИИ нефтехим, г.Ленинграда
- 16 Методические указания по методам определения ФДН в воздухе Киевский НИИ гигиени труда и профзаболеваний
- 17 Методические указания по газохроматографическому определению фосфорорганических пестицидов (карбофос, метафос, метилнитрофос, брофос, трихлорметарос - 3, циадал, цианоко в воздухе) ВНИИГИТОКС
- 18 Методические указания по газохроматографическому определению бурана, тетрагидробурана и сильвана в воздухе Узбекский НИИ санитарии, гигиени и профзаболеваний
- 19 Методические указания по газохроматографическому определению хлоризопренка, хлорметилбутена и дихлометилбутена в воздухе Научно-производственное объединение "НАИРИТ"
- 20 Методические указания по хроматографическому определению холинхлорида в воздухе Киевский НИИ гигиени труда и профзаболеваний
- 21 Методические указания по газохроматографическому определению циодрина в воздухе ВНИИГИТОКС
- 22 Методические указания по газохроматографическому определению эпихлорогидрина (ЭХГ) в воздухе Ростовский медицинский институт
- 23 Методические указания по спектрографическому определению алюминия, ванадия, кремния, лития, меди, никеля, олова, сурьмы, титана, хрома, цинка и их неорганических соединений в воздухе Горьковский НИИ гигиени труда и профзаболеваний

- 24 Методические указания по спектрографическому определению хрома, никеля, кобальта, железа, марганца, алюминия, молибдена, меди, титана и вольфрама в воздухе Институт охраны труда ВЦСПС (г.Москва)
- 25 Методические указания по фотометрическому определению аллюмосиликата бария в воздухе Первый Московский мединститут
- 26 Методические указания по фотометрическому определению акролеина в воздухе Штаб военизированных горноспасательных частей Урала г.Свердловск
- 27 Методические указания по фотометрическому определению арсенида галлия в воздухе Первый Московский мединститут
- 28 Методические указания по фотометрическому определению ББК в воздухе Ленинградский санитарно-гигиенический мединститут
- 29 Методические указания по фотометрическому определению бромбензантрона и дибромбензантрона в воздухе Харьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
- 30 Методические указания по фотометрическому определению ванилина в воздухе Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
- 31 Методические указания по фотометрическому определению гвайакола в воздухе -"-
- 32 Методические указания по фотометрическому определению диалкилфталата в воздухе НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
- 33 Методические указания по спектрофотометрическому определению дилуцина в воздухе Рижский мединститут
- 34 Методические указания по фотометрическому определению димера метилцикло-пентадиена в воздухе НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
- 35 Методические указания по фотометрическому определению 3,5-динитро-4-хлорбензойной кислоты в воздухе Подсекция "Промышленно-санитарная химия"
- 36 Методические указания по фотометрическому определению метилового эфира метоксикусной кислоты в воздухе НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР

37	Методические указания по фотометрическому определению монометакрилата пропиленгликоля в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
38	Методические указания по фотометрическому определению монохлорметил-псевдокумола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
39	Методические указания по фотометрическому определению озона в воздухе	Ленинградский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
40	Методические указания по фотометрическому определению о-оксибензилового спирта в воздухе	Харьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
41	Методические указания по фотометрическому определению I-оксиэтилидендиfosфоновой кислоты, тринатриевой соли оксиэтилидендиfosфоновой кислоты и нитрилотриметиленфосфоновой кислоты в воздухе	ВНИИ "ИРБА" г.Москва
42	Методические указания по спектрофотометрическому определению пирена в воздухе	Свердловский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
43	Методические указания по фотометрическому определению рифамицина в воздухе	ВНИИ антибиотиков
44	Методические указания по фотометрическому определению фосфиноксида разнорадикального C ₅ – C ₉ и триизомильфосфиноксида в воздухе	Саратовский медицинский институт
45	Методические указания по фотометрическому определению фуразолидона в воздухе	Рижский медицинский институт
46	Методические указания по фотометрическому определению этилового эфира циануксусной кислоты в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
47	Методические указания по титрометрическому определению ксантофенатов в воздухе	Армянский НИИ общей гигиены и профзаболеваний

СОДЕРЖАНИЕ

Методические указания по газохроматографическому определению бальзама лесного "Л" в воздухе	3
Методические указания по методам определения вернами в воздухе	6
Методические указания по газохроматографическому определению эксахлорбензола в воздухе	15
Методические указания по газохроматографическому определению гексафторида серы в воздухе.	19
Методические указания по хроматографическому определению 4,4-дитиодифенил-бис-изаленида в воздухе	22
Методические указания по газохроматографическому определению 2,3-дихлорпропена в воздухе	26
Методические указания по газохроматографическому определению дихлорэтана, псевдокумола,mono- и дихлорметил-псевдокумола в воздухе	30
Методические указания по газохроматографическому определению изобутилового спирта в воздухе	37
Методические указания по газохроматографическому определению изомеров длортодуола в воздухе	41
Методические указания по газохроматографическому определению метил-третбутилового эфира в воздухе .	45
Методические указания по газохроматографическому определению метилтолуилата, димила и диметилтерофталата в воздухе	50
Методические указания по газохроматографическому определению метиленилдиметоксицелана в воздухе .	56
Методические указания по газохроматографическому определению моно-нитронапталина и изомеров 1,5- и 1,8-дinitронафталаина в воздухе	60
Методические указания по хроматографическому определению пиридона и нитропиридона в воздухе . .	65
Методические указания по газохроматографическому определению промонового альдегида в воздухе . . .	70
Методические указания по методам определения ФДН в воздухе	75
Методические указания по газохроматографическому определению фосфорорганических пестицидов (карбофос, метафос, метилнитрофос, бромофос 3, цианал, цианокс) в воздухе	83

Методические указания по газохроматографическому определению фурана, тетрагидрофурана и сильвана в воздухе	89
Методические указания по газохроматографическому определению хлоризопрена, хлорметилбутина и дихлорметилбутина в воздухе	94
Методические указания по хроматографическому определению холинахлорида в воздухе	98
Методические указания по газохроматографическому определению циодрина в воздухе	103
Методические указания по газохроматографическому определению этилторгидрина (ЭХГ)	108
Методические указания по спектрографическому определению алюминия, ванадия, кремния, лития, магния, меди, никеля, олова, сурьмы, титана, хрома, тока и их органических соединений в воздухе	112
Методические указания по спектрографическому определению хрома, никеля, кобальта, железа, марганца, алюминия, молибдена, меди, титана и вольфрама в воздухе	118
Методические указания по фотометрическому определению алмосиликата бария в воздухе	126
Методические указания по фотометрическому определению акролеина в воздухе	130
Методические указания по фотометрическому определению арсенида галлия в воздухе	134
Методические указания по фотометрическому определению БВК в воздухе	139
Методические указания по фотометрическому определению бромбензантрона и дигромбензантрона в воздухе	144
Методические указания по фотометрическому определению ванилина в воздухе	148
Методические указания по фотометрическому определению гваяколя в воздухе	152
Методические указания по фотометрическому определению диалкилпиратала в воздухе	156
Методические указания по спектрофотометрическому определению дидудина в воздухе	159
Методические указания по фотометрическому определению димера метилциклооктадиена в воздухе	163

Методические указания по фотометрическому определению 3,5-динитро-4-хлорбензойной кислоты в воздухе	166
Методические указания по фотометрическому определению метилового эфира метоксикусусной кислоты в воздухе	169
Методические указания по фотометрическому определению монометакрилата пропиленгликоля в воздухе	173
Методические указания по фотометрическому определению монохлорметилцисвдокумола в воздухе	177
Методические указания по фотометрическому определению озона в воздухе	181
Методические указания по фотометрическому определению о-оксибензилового спирта в воздухе	186
Методические указания по фотометрическому определению I-оксиэтилидендиfosфоновой кислоты, тринатриевої соли оксиэтилидендиfosфоновой кислоты и нитритотриметиленfosфоновой кислоты в воздухе	189
Методические указания по спектрофотометрическому определению пирена в воздухе	194
Методические указания по фотометрическому определению рифампицина в воздухе	198
Методические указания по фотометрическому определению фосфиноксида разнорадикального C ₅ - C ₉ и тризоамилифосфиноксида в воздухе	202
Методические указания по фотометрическому определению фуразолидона в воздухе	207
Методические указания по фотометрическому определению этилового эфира цианусусной кислоты в воздухе	211
Методические указания по титриметрическому определению ксантолигенатов в воздухе	215
Приложение 1. Формула для приведения объема воздуха к стандартным условиям	218
Приложение 2. Таблица коэффициентов для приведения объема воздуха к стандартным условиям	219
Приложение 3. Висунки к сборнику № 18	221
Приложение 4. Перечень учреждений, представивших методические указания в данный сборник	227

Л-72444 от 14.06.83г. Зак. I596 Тип. III6°
Типография Министерства Здравоохранения СССР.