

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

Москва, 1980

**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.,
Набзев М.Н., Дьякова Г.А., Озечкин В.Г.

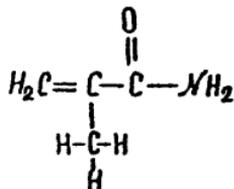
УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

А.И. ЗАЙЧЕНКО

"23" сентября 1980 г.

№ 2234-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТАКРИЛАМИДА
В ВОЗДУХЕ.



М.п. 85,08

Метакриламид хорошо растворим в воде, этиловом и метиловом спиртах, ацетоне, этилацетате; плохо растворим в гептане, бензоле и толуоле. Т.пл. IIО-IIII°C.

I. Общая часть

1. Определение основано на окислении метакриламида по месту двойной связи до формальдегида и последующем фотометрическом определении его по реакции с хромотроповой кислотой.

2. Предел обнаружения 5 мкг в анализируемом объеме раствора

3. Предел обнаружения 0,5 мг/м³ (расчетный)

4. Погрешность определения ± 20%

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,5 - 100 мг/м³

6. Определению не мешают до 300 мгг метилового спирта, муравьи-

ной, уксусной и масляной кислот, мешают определению формальдегид, хлорангидриды акриловой и метакриловой кислот, акриловая и метакриловая кислоты.

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

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы

Метакриламид, х.ч., ТУ 6-09-1768-64

Стандартный раствор № 1, содержащий 500,0 мкг/мл, готовят растворением в 2% растворе уксуснокислого аммония в мерной колбе емкостью 100 мл 0,05 г метакриламида.

Стандартный раствор № 2, содержащий 50,0 мкг/мл, готовят соответствующим разбавлением 2%-ным раствором уксуснокислого аммония стандартного раствора № 1.

Серная кислота, ч.д.а., ГОСТ 4204-77, удельный вес 1,84; 5% раствор

Сульфит натрия, ч.д.а., ГОСТ 1952-66, 20%-ный раствор, сохраняется 1-2 дня.

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

Растворяют 100 мг кислоты в 5 мл 10%-ной серной кислоты и приливают 125 мл концентрированной серной кислоты с удельным весом 1,84. Раствор сохраняется 2-3 дня.

Йодная кислота или йоднокислый калий. ВТУ МХП 3305-52, 1,5%-ный раствор в 5%-ной серной кислоте. Йоднокислый калий растворяют при подогревании. Годен длительное время.

Калий марганцовокислый, ГОСТ 204890-75, 2%-ный раствор

Уксуснокислый аммоний ГОСТ 3117-68, 2%-ный раствор

Этанол, ГОСТ 5963-67, 96%-ный и разбавленный водой в отношении 1:1.

Окислительная смесь. К 25 мл воды приливают по 4 мл растворов

одной кислоты и марганцовокислого калия. Сохраняется 1-2 суток.

9. Применяемая посуда и приборы.

Аспирационное устройство

Поглотительные приборы Зайцева

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50-100 мл

Шпетки, ГОСТ 20292-72, емкостью 1, 5 и 10 мл с ценой деления 0,01 и 0,1 мл.

Пробирки плоскодонные с притертой пробкой высотой 120 мм и внутренним диаметром 15 мм

Баня водяная

Фотоколориметр.

III. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 0,7 л/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотителя Зайцева, содержащих по 4,0 мл 2% раствора уксуснокислого аммония. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 2 л воздуха.

IV. Описание определения

Из каждого поглотительного прибора выносят по 2 мл проб в колориметрические пробирки, приливают по 0,1 мл 50%-ного этанола, 0,5 мл окислительной смеси и перемешивают. Через 10 минут избыток окислительной смеси восстанавливают, добавляя раствор сульфита по каплям до обесцвечивания раствора и затем приливают по 3,5 мл раствора хромотроповой кислоты, перемешивают, нагревают 30 мин на кипящей водяной бане и после охлаждения доводят объем раствора до 9 мл водой, охлаждают вторично. Фиолетовую окраску растворов фотометрируют в кювете с толщиной слоя 20 мм, при длине волны 574 нм, по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Содержание метакриламида в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице 12.

Таблица 12

Шкала стандартов

Номер стандартов	1	1	2	1	3	1	4	1	5	1	6
Стандартный раствор в 2 мл		0	0,1	0,2	0,3	0,5	1,0				
Уксуснокислый аммоний мл		2	1,9	1,8	1,7	1,5	1,0				
Содержание метакриламида, мкг		0	5	10	15	25	50				

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам. Устойчивость шкалы стандартов 2-3 суток.

Концентрацию метакриламида в $\text{мг}/\text{м}^3$ воздуха (X) вычисляют по формуле:

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

g - количество метакриламида, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг

V_1 - общий объем пробы, мл

V - объем пробы, взятый для анализа, мл

V_{20} - объем воздуха в 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:

$$V'_{20} = \frac{V_t (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^\circ) \cdot 101,33}, \text{ где}$$

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, $^\circ\text{C}$

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°C и
атмосферное давление 101,33 кПа

С	Давление P, 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
3	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	1,1090
	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
3	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851	0,9902
3	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	10	11	12
+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