

УТВЕРЖДАЮ.

Заместитель Главного

государственного

санитарного врача СССР

 А.И. ЗАЙЧЕНКО

" 6 " Июня 1979 г.

№ 2000 - 79

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ 4,4'-ДИФЕНИЛ-
МЕТАНДИИЗОЦИАНАТА В ВОЗДУХЕ

I. Общая часть

1. Определение основано на реакции конденсации продукта гидролиза 4,4'-дифенилметандиизоцианата с п-диметиламинонапthalдегидом в уксусно-кислой среде. Окрашенный в желтый цвет раствор определяют фотометрически.

2. Чувствительность определения - 0,25 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Определению не мешают аммиак, дифенил, дифенилоксид и фосген, хлорбензол до 1 мг в пробе. Определению мешают 4,4'-диамино-дифенилметан и толуилендиизоцианат.

4. Ориентировочный безвредный уровень воздействия паров 4,4'-дифенилметандиизоцианата (ОБУВ) в воздухе - 1 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

5. Применяемые реагенты и растворы.

4,4'-дифенилметандиизоцианат с т.пл. 40°.

Стандартный раствор №I. В мерную колбу емкостью 25 мл наливают 5-10 мл сухого ацетона и взвешивают, вносят 30-35 мг 4,4'-дифе-

ни диметандицианта и взвешивают вторично. Раствор перемешивают и доводят до метки ацетоном. Раствор устойчив в течение 3-х суток. Разбавлением 40%-ной уксусной кислотой готовят стандартные растворы №2, №3, №4 с содержанием соответственно 100, 10, 1 мкг/мл. Стандартный раствор №2 устойчив 2 месяца, №3, №4 - 10 дней.

Ацетон, ГОСТ 26-03-71, ч.д.а., сухой. В колбу с прилипованной стеклянной пробкой наливают 1 л ацетона и добавляют к нему 100 г плавленного хлористого кальция. После выдержки в течение суток ацетон от хлористого кальция отделяется фильтрованием через складчатый бумажный фильтр и подвергают разгонке. Отбирают фракции с т.кип. 53, 54°.

Уксусная кислота, ледяная, ГОСТ 61-69, ч.д.а., 40% раствор.

П-диметиламиноbenзальдегид, МРТУ 6-09-634-63, 2% раствор. Готовят растворением 2г п-диметиламиноbenзальдегида в 40 мл ледяной уксусной кислоты. Полученный раствор разбавляют до 100 мл водой.

6. Применяемая посуда и приборы.

Аспирационное устройство.

Поглотительный прибор Рихтера (внутренний диаметр шариков 16 мм, вноота 1/0 мм).

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

Пипетки, ГОСТ 1770-74, емкостью 1,2, 5 и 10 мл с делениями 0,01; 0,02; 0,05 и 0,1 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 и 10 мл.

Патрон металлический или плексигласовый.

Фотометр или фотоколориметр.

Ш. Отбор пробы воздуха

7. Воздух со скоростью 3-4 л/мин аспирируют через последовательно соединенные патрон с фильтром АФА-ВЛ-10 и поглотительный прибор Рихтера с 4 мл 40% уксусной кислоты. Для анализа следует

отобрать 10 л воздуха.

IV. Описание определения

8. Фильтр заливают 4 мл 40% уксусной кислоты и акотрагируют 15~20 мин. Содержимое поглотительного прибора выливают в колориметрическую пробирку, промывают 0,5 мл 40%-кой уксусной кислоты и промывной жидкостью доводят раствор до 4 мл. На анализы отбирают по 2 мл поглотительного раствора и экстракта, нагревают в течение 2 мин. на кипящей водяной бане и по охлаждении добавляют 2 мл раствора 2-диметиламиноbenзальдегида. Окрашенные в желтый цвет растворы фотометрируют в кювете 10 мл при 430~450 нм. Окраска растворов сохраняется 4~5 часов.

Содержание 4,4'-дифенилметандиизоцианата вычисляют по калиброзному графику, построенному согласно таблице.

Таблица 4

Шкала стандартов

Номер стандарта	Содержание 4,4'-дифенилметандиизоцианата, мкг	Стандартный раствор №4, мл	Стандартный раствор №3, мл	40%-ная уксусная кислота
I	0	0	-	2,0
2	0,25	0,25	-	1,75
3	0,5	0,5	-	1,5
4	1,0	-	0,1	1,9
5	2,0	-	0,2	1,8
6	5,0	-	0,5	1,5
7	10,0	-	1,0	1,0
8	20,0	-	2,0	0

Пробирки шкалы оснащиваются как пробы.

Концентрацию 4,4'-дифенилметандиизоцианата в мг/м³ воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V_1}{V \cdot Y_{20}} ,$$

где G - количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V - общий объем пробы, мл;

V - объем пробы, взятый для анализа, мл;

Y₂₀ - объем воздуха, л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение).