

 POLSKI KOMITET NORMALIZACJI I MIAR	POLSKA NORMA		PN-76 Z-04087
	Ochrona czystości powietrza Oznaczanie zawartości cykloheksanonu na stanowiskach pracy metodą kolorymetryczną		Zamiast PN-65/Z-04087
			Grupa katalogowa XIV 79
Air purity protection Determination of cyclohexanone in work places by colorimetric method		Protection de la pureté de l'atmosphère Dosage du cyclohexanone sur les lieux de travail par la méthode colorimétrique	Охрана чистоты воздуха Определение циклогексанона на рабочих местах колориметрическим методом

1. WSTĘP

1.1. Przedmiot normy. Przedmiotem normy jest metoda oznaczania zawartości cykloheksanonu w powietrzu na stanowiskach pracy metodą kolorymetryczną.

1.2. Zakres stosowania metody. Metodę stosuje się do oznaczania zawartości cykloheksanonu w powietrzu na stanowiskach pracy w czasie przeprowadzania kontroli sanitarno-higienicznej.

W oznaczaniu przeszkadza aceton. W przypadku obecności acetonu w badanym powietrzu oznacza się podaną metodą sumaryczną zawartość acetonu i cykloheksanonu w przeliczeniu na cykloheksanon.

Cykloheksanol przeszkadza w oznaczaniu, jeżeli jego zawartość w próbce roztworu pochłaniającego wziętej do oznaczania przekracza 0,1 mg, co w warunkach oznaczania odpowiada 300 mg/m³ powietrza.

1.3. Oznaczalność. Najmniejsza ilość cykloheksanonu, jaką można oznaczyć w warunkach pobierania próbek powietrza wg 2.4 i wykonania oznaczania wg 2.6, wynosi 4,5 mg/m³ powietrza.

2. METODA BADANIA

2.1. Zasada metody. Oznaczanie polega na działaniu na roztwór cykloheksanonu furfurolem i wodorotlenkiem potasowym, a następnie na zakwaszeniu badanej próbki kwasem siarkowym. W wyniku tej reakcji powstaje czerwone zabarwienie dwufurfurylo-cykloheksanonu, które jest podstawą oznaczania fotometrycznego.

2.2. Aparatura i przyrządy

a) Aspirator butelkowy lub pompa ssąca umożliwiająca przepuszczenie powietrza przez płuczki ze stałą szybkością 10 dm³ na godzinę

$$\left(10 \cdot \frac{1}{3600} \cdot 10^{-3} \text{ m}^3/\text{s}\right).$$

b) Płuczki bełkotkowe małe wg PN-69/C-13046 lub PN-69/C-13047.

c) Spektrofotometr do pomiarów w świetle widzialnym lub kolorymetr z filtrem o maksymalnej przepuszczalności światła przy długości fali 550 nm, z kuwetami o grubości warstwy absorbującej 10 mm.

2.3. Odczynniki i roztwory

a) Furfurol cz.d.a. świeżo przedestylowany. Roztwór 0,4-procentowy w alkoholu etylowym.

W celu stwierdzenia czy furfurol nie zawiera zanieczyszczeń tworzących związek barwny w warunkach reakcji, należy wykonać następującą próbę: do kolby pomiarowej pojemności 10 cm³ wlać 1 cm³ wody destylowanej, 1 cm³ roztworu furfurołu, 1 cm³ 15-procentowego wodorotlenku potasowego i probówkę odstawić na 10 min. Następnie dopełnić do kreski kwasem siarkowym.

Roztwór w próbce powinien pozostać bezbarwny, najwyżej mogą wystąpić ślady zabarwienia. Jeżeli roztwór zabarwi się, furfurol nie nadaje się do wykonania oznaczania.

b) Kwas siarkowy (1.83) cz.: 3 części kwasu siarkowego zmieszać z 2 częściami wody V/V.

c) Roztwór wzorcowy podstawowy cykloheksanonu. Do kolby pomiarowej pojemności 25 cm³

Zgłoszona przez Centralny Instytut Ochrony Pracy
Ustanowiona przez Polski Komitet Normalizacji i Miar dnia 22 października 1976 r.
jako norma obowiązująca w zakresie czynności określonych normą
od dnia 1 lipca 1977 r. (Dz. Norm. i Miar nr 26/1976, poz. 109)
Przedruk dozwolony tylko za zgodą Polskiego Komitetu Normalizacji i Miar

odmierzyć około 2 cm³ wody destylowanej, zamknąć korkiem i zważyć z dokładnością do ±0,0002 g. Dodać 4 ÷ 5 kropli cykloheksanonu, zważyć ponownie, dopełnić zawartość kolby wodą destylowaną do kreski i dokładnie wymieszać. Obliczyć zawartość cykloheksanonu w 1 cm³ roztworu.

d) Roztwór wzorcowy roboczy cykloheksanonu. Do kolby pomiarowej pojemności 50 cm³ odmierzyć taką uprzednio obliczoną ilość roztworu wzorcowego podstawowego, aby po dopełnieniu zawartości kolby wodą do kreski otrzymać roztwór zawierający 0,01 mg cykloheksanonu w 1 cm³. Roztwór dokładnie wymieszać.

e) Wodorotlenek potasowy cz., roztwór 15-procentowy.

Roztwór odmierzać pipetą, posługując się pompką.

2.4. Pobieranie próbek powietrza. Do dwóch płuczek wlać po 3 cm³ wody i połączyć je szeregowo. Przez płuczki przepuścić 2 dm³ badanego powietrza z szybkością 10 dm³/h ($10 \cdot \frac{1}{3600} \cdot 10^{-3}$ m³/s). Roztwory z obu płuczek zmieszać.

2.5. Przygotowanie skali wzorców i sporządzanie krzywej wzorcowej. Do pięciu kolb pomiarowych pojemności 10 cm³ odmierzyć kolejno 0,10; 0,25; 0,50; 0,75; 1,00 cm³ roztworu wzorcowego roboczego wg 2.3d), co odpowiada zawartości 0,0010; 0,0025; 0,0050; 0,0075; 0,010 mg cykloheksanonu. Zawartość wszystkich pięciu kolb dopełnić wodą do objętości 1 cm³. Do szóstej kolby, której zawartość stanowi próbka kontrolna, dodać 1 cm³ wody. Do wszystkich kolb dodać po 1 cm³ roztworu furfurolu wg 2.3a) i 1 cm³ roztworu wodorotlenku potasowego wg 2.3e). Zawartość kolb skłócić, odstawić je na 40 min i dopełnić do kreski roztworem kwasu siarkowego. Przed upływem 30 min zmierzyć absorbancję próbek na spektrofotometrze przy długości fali 550 nm, stosując jako odnośnik próbkę kontrolną nie zawierającą cykloheksanonu. Z odczytanych wartości absorbancji i stężenia cykloheksanonu wykreślić krzywą wzorcową. W przypadku stwierdzenia prostoliniowej zależności absorbancji od stężenia, do obliczania wyników można posługiwać się współczynnikiem absorpcji.

W tym celu obliczyć dla każdego wzorca współczynnik absorpcji (a) wg wzoru

$$a = \frac{A}{c}$$

w którym:

A – odczytana wartość absorbancji,

c – zawartość cykloheksanonu w próbce.

Następnie obliczyć średni współczynnik absorpcji ($\bar{a}$) wg wzoru

$$\bar{a} = \frac{\sum a}{n}$$

w którym:

Σa – suma wartości poszczególnych współczynników absorpcji,

n – liczba pomiarów.

2.6. Wykonanie oznaczania. Do kolby pojemności 10 cm³ odmierzyć 1 cm³ roztworu pochłaniającego otrzymanego przez zmieszanie roztworów z obu płuczek wg 2.4 i dalej postępować jak przy sporządzeniu skali wzorców wg 2.5.

Jeżeli absorbancja próbki przekracza zakres krzywej wzorcowej należy oznaczanie powtórzyć, biorąc odpowiednio mniej roztworu pochłaniającego z płuczek i dopełnić go wodą do objętości 1 cm³.

2.7. Obliczanie wyników. Zawartość cykloheksanonu (X) w badanym powietrzu obliczyć w mg/m³ wg wzorów

a) w przypadku korzystania z krzywej wzorcowej

$$X = \frac{6 \cdot m \cdot 1000}{V_1 \cdot V}$$

b) w przypadku korzystania ze współczynnika absorpcji

$$X = \frac{6 \cdot A \cdot 1000}{\bar{a} \cdot V_1 \cdot V}$$

w których:

m – zawartość cykloheksanonu w próbce odczytana z krzywej wzorcowej, mg,

V_1 – objętość badanej próbki pobrana do oznaczania, cm³,

V – objętość powietrza przepuszczanego przez płuczki, cm³,

A – odczytana wartość absorbancji próbki,

$\bar{a}$ – średni współczynnik absorpcji.

K O N I E C

INFORMACJE DODATKOWE

1. Instytucja opracowująca normę — Centralny Instytut Ochrony Pracy, Warszawa

2. Istotne zmiany w stosunku do PN-65/Z-04087

- a) zmieniono warunki wykonania oznaczania, dzięki czemu zwiększono 10-krotnie wykrywalność metody,
- b) wprowadzono pomiar spektrofotometryczny.

3. Normy związane

PN-69/C-13046 Szklany sprzęt laboratoryjny. Płuczki bełkotkowe typu Poleżajewa zmodyfikowane
PN-69/C-13047 Szklany sprzęt laboratoryjny. Płuczki bełkotkowe typu Zajcewa

4. Autorzy projektu normy — doc. dr Stefan Zawadzki, mgr inż. Wojciech Domański — Centralny Instytut Ochrony Pracy, Warszawa

5. Literatura

Adamiak-Zięba J.: Medycyna Pracy 24, str. 1, 1973 r.
Rosenthaler M.: Microchim, Acta 39, str. 360, 1952 r.
Zawadzki S.: Cykloheksanon. W: Szkodliwe substancje w powietrzu pomieszczeń pracy. Metody oznaczania. Wydawnictwa Związkowe CRZZ, Warszawa 1966 r.

6. Uwagi do wydania II

W stosunku do wydania I – bez zmian.