МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Выпуск 21/1

Москва 1987

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

ВЫПУСК 21/1

Москва 1987

Сборник Методических Указаний составлен методической секцией по промышленной токсикологии при Проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профпатологии"

Настоящие Методические указания распространяются на измерение концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны при санитарном контроле.

Ответственные за выпуск: С.И.Муравьева, Г.А.Дьякова, К.М.Грачева, В.Г.Овечкин.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

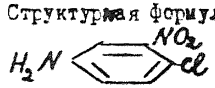
_____ А.И.Заиченко

"25" мая 1987 г.

№4305-87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ 3-НИТРО-4-ХЛОРАНИЛИНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Структурная формула



М.м. 172,57

3-нитро-4-хлоранилин-игольчатые кристаллы желтого цвета; температура плавления 96-98°С; растворяется в этиловом спирте, ацетоне, горячей воде, минеральных кислотах; не растворяется в холодной воде.

В воздухе присутствует в виде аэрозоля.

3-нитро-4-хлоранилин умеренно раздражает кожу и слизистые, не проникает в организм через неповрежденную кожу, не является аллергеном.

ПДК в воздухе 1 мг/м^3.

ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Метод основан на реакции взаимодействия диазотированного 3-нитро-4-хлоранилина с β-нафтолом с образованием азокрасителя и последующем фотометрическом измерении содержания окрашенного продукта при

длине волны 500 нм. (светофильтр № 5). Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения концентрации 7 в фотометрируемом растворе составляет 5 мкг.

Нижний предел измерения концентрации в воздухе – 0,5 мг/м^3 (при отборе 30 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 0,5 до 6 мг/м^3.

Измерению не мешают: растворители, минеральные кислоты.

Измерению мешает *п*-хлоранилин.

Суммарная погрешность измерения не превышает ±25%.

Время выполнения измерения 40 мин., включая отбор проб.

ПРИБОРЫ, АППАРАТУРА, ПОСУДА

Фотоэлектроколориметр.

Аспирационное устройство.

Фильтры АФА-ВП-20.

Фильтродержатели, ТУ 95-72-05-77.

Колбы мерные ГОСТ 1770-74 вместимостью 25,50 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74 вместимостью 1, 2, 5 мл с делениями.

Цилиндр мерный, ГОСТ 1770-74 вместимостью 100 мл.

РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ И МАТЕРИАЛЫ

3-нитро-4-хлоранилин, х.ч.

Натрий азотистокислый, х.ч. ГОСТ 4217-77, 7-ный водный раствор, свежеприготовленный.

Мочевина, ГОСТ 6691-77.

Натрия гидроксид, ГОСТ 4328-77, 2 М водный раствор.

β-нафтол, ГОСТ 5835-79, 2%-ный раствор в 2 М растворе гидроксида натрия.

Спирт этиловый ТУ 6-09 1770-77.

Стандартный раствор № 1 готовят растворением 50 мг 3-нитро-4-хлоранилина в этиловом спирте в мерной колбе вместимостью 50 мл. Раствор хранится в течение недели.

Стандартный раствор № 2 готовят с концентрацией 20 мкг/мл 3-нитро-4-хлоранилина соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 этиловым спиртом. Раствор устойчив 1 сутки.

ОТБОР ПРОБ ВОЗДУХА

Воздух с объемным расходом 5 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-20, помещенный в фильтродержатель.

Для измерения 0,5 ПДК следует отобрать 30 л воздуха.

Срок хранения проб 1 сутки.

ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

Градуировочные растворы (устойчивы в течение суток) готовят в мерной колбе вместимостью 25 мл согласно таблице.

Таблица 22

Шкала градуировочных растворов

№ раствора	Стандартный раствор № 2, мл	Этиловый спирт, мл	Содержание 3-нитро-4-хлоранилина, мкг
1	0	5	0
2	0,25	4,75	5
3	0,5	4,5	10
4	1,0	4,0	20
5	1,5	3,5	30
6	2,0	3,0	40
7	2,5	2,5	50
8	3,0	2,0	60

В подготовленные градуировочные растворы добавляют 10 мл дистиллированной воды, 2,5 мл раствора азотистокислого натрия, 1 г

мочевины. Растворы выдерживают 5 минут и затем вносят 2 мл раствора β-нафтола. Далее объем растворов доводят до метки дистиллированной водой и через 5 минут измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре при длине волны 500 нм (светофильтр № 5). Измерение проводят в кюветах с толщиной поглощающего слоя 50 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему 3-нитро-4-хлоранилин (раствор № I по табл.)

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс - соответствующие им величины содержания 3-нитро-4-хлоранилина (в мкг).

Проверка градуировочного графика проводится 2 раз в месяц.

ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЯ

Фильтр осторожно переносят в химический стакан, приливают 15 мл этанола, раствор периодически перемешивают 5 минут, для анализа отбирают 5 мл раствора, переносят в мерную колбу вместимостью 25 мл и проводят обработку, измерение оптических плотностей аналогично и одновременно с градуировочными растворами. Содержание 3-нитро-4-хлоранилина в фотометрируемом растворе пробы находят по градуировочному графику. Степень десорбции вещества с фильтра 98%.

РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ

Концентрацию 3-нитро-4-хлоранилина в воздухе (в мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot в}{б \cdot V}, \text{ где}$$

а - количество 3-нитро-4-хлоранилина, найденное по градуировочному графику, мкг;

в - общий объем пробы, мл;

б - объем пробы, взятый для анализа, мл;

V - объем воздуха (в л), отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (см. Приложение I).

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V \cdot (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^{0}) \cdot 101{,}33}, \quad \text{где}$$

V – объем воздуха, отобранный для анализа, л.

P – барометрическое давление, кПа (101,33 кПа=760 мм рт.ст.)

t – температура воздуха в месте отбора пробы, ^{0}C

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

Коэффициент К для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°С	Давление Р, кПа/мм рт.ст									
	97,33/730	97,86/734	98,4/738	96,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,33/760	101,86/
-30	I,I582	I,I646	I,I709	I,I772	I,I836	I,I899	I,I963	I,2026	I,2058	I,2122
-26	I,I593	I,I456	I,I5I9	I,I58I	I,I644	I,I705	I,I768	I,I83I	I,I862	I,I926
-22	I,I2I2	I,I274	I,I336	I,I396	I,I458	I,I5I9	I,I58I	I,I643	I,I673	I,I735
-I8	I,I036	I,I097	I,II58	I,I2I8	I,I278	I,I338	I,I399	I,I400	I,I490	I,I55I
-I4	I,0866	I,0926	I,0986	I,I045	I,II05	I,II64	I,I224	I,I284	I,I3I3	I,I373
-I0	I,0701	I,0760	I,08I9	I,0877	I,0936	I,0994	I,I053	I,III2	I,II4I	I,I200
- 6	I,0540	I,0599	I,0657	I,07I4	I,0772	I,0829	I,0887	I,0945	I,0974	I,I032
- 2	I,0385	I,0442	I,0499	I,0556	I,06I3	I,0669	I,0726	I,0784	I,08I2	I,0869
0	I,0309	I,0366	I,0423	I,0477	I,0535	I,059I	I,0648	I,0705	I,0733	I,0789
+ 2	I,0234	I,029I	I,0347	I,0402	I,0459	I,05I4	I,057I	I,0627	I,0655	I,07I2
+ 6	I,0087	I,0I43	I,0I98	I,0253	I,0309	I,0363	I,04I9	I,0475	I,0502	I,0557
+I0	0,9944	0,9999	I,0054	I,0I08	I,0I62	I,02I6	I,0272	I,0326	I,0353	I,0407
+I4	0,9806	0,9860	0,99I4	0,9967	I,0027	I,0074	I,0I28	I,0I83	I,0209	I,0263
+I8	0,967I	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	I,0043	I,0069	I.0I22
+20	0,9605	0,9658	0,97II	0,9783	0,98I6	0,9868	0,992I	0,9974	I,0000	I,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	0,963I	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,99I7
+26	0,94I2	0,9464	0,95I6	0,9566	0,96I8	0,9669	0,972I	0,9773	0,9799	0,985I
+28	0,9349	0,940I	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,989I	0,9440	0,9432	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9I67	0,92I8	0,9268	0,93I8	0,9368	0,94I8	0,9468	0,95I9	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9I49	0,9I98	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,942I	0,947I

Приложение 3

П Е Р Е Ч Е Н Ь

учреждений представивших Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе

№№ пп	Методические указания	Учреждения, представившие Методические указания
I	2	3
I.	Фотометрическое измерение концентрации алкилпропилендиамина	Медицинский институт г. Ростов-на-Дону
2.	Фотометрическое измерение концентрации бис-(2-метил-3-окси-4-оксиметил-5-метилпиридий) дисульфида дигидрохлорида (пиридитол)	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва Медицинский институт г.Курск
3.	Газохроматографическое измерение концентрации бутоксибутенина	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва ГОСНИИметанолпроект
4.	Фотометрическое измерение концентрации I,IO декандикарбоновой кислоты (I,IO ДДК)	ГорСЭС, г. Москва
5.	Фотометрическое измерение концентрации диборида магния, диборида титана-хрома и металлокерамического сплава (на основе диборида титана-хрома)	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Свердловск
6.	Фотометрическое измерение концентрации диморфолинфенилметана (ингибитора ВНХ-Л-20)	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Киев
7.	Газохроматографическое измерение концентраций метилизобутилкарбинола	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва

I	2	3
8.	Газохроматографическое измерение концентрации метилцеллозольва	Киевский филиал ГОСНИИхлорпроект г.Киев
9.	Пламеннофотометрическое измерение концентрации стронция фосфорнокислого двухзамещенного	Медицинский институт г. Ставрополь
10.	Газохроматографическое измерение концентрации фенетола	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
11.	Газохроматографическое измерение концентрации циклододеканола и циклододеканона	ГорСЭС, г.Москва
12.	Газохроматографическое измерение концентрации денацила и додецилового спирта	Рязанский мединститут
13.	Спектрофотометрическое измерение концентрации диэтилентриаминпентаацетата меди тринатриевой соли	ГорСЭС, г.Москва
14.	Газохроматографическое измерение концентрации карбамоил-3(5)-метилпиразола	Армянский НИИ ГТ и ПЗ
15.	Газохроматографическое измерение концентрации триметилфосфита	НИИ гигиены им.Ф.Ф. Эрисмана, ВНИИХСЗР
16.	Фотометрическое измерение концентраций цинкового комплекса нитрилотрифенилфосфоновой кислоты тринатриевой соли и растворимого железного комплекса нитрилотриметилфосфоновой кислоты динатриевой соли	ГорСЭС, Москва
17.	Газохроматографическое измерение концентраций алкилдифенилоксидов (Алотрема-I)	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР
18.	Спектрофотометрическое измерение концентрации ангидрида тримеллитовой кислоты	Уфимский НИИНЕФТЕХИМ
19.	Газохроматографическое измерение концентрации Бис-N,N-гексаметиленкарбамида (карбоксида)	Рижский мединститут

I	2	
20.	Хроматографическое измерение концентрации Бис-фосфита	Львовский мединститут
21.	Газохроматографическое измерение концентрации диметилсебацината	Ростовский-на-Дону мединститут
22.	Газохроматографическое измерение концентрации диметилфосфита	Львовский мединститут
23.	Газохроматографическое измерение концентрации изопропенилацетилена	НИИ ГТ и ПЗ АМН СССР НПО "НАИРИТ" г.Ереван
24.	Фотометрическое измерение концентраций красной и желтой кровяной соли	Донецкий мединститут
25.	Фотометрическое измерение концентрации лиминофора Р-385	Ставропольский мединститут
26.	Газохроматографическое измерение концентрации монобензилтолуола	Донецкий мединститут
27.	Фотометрическое измерение концентрации 3-нитро-4-хлоранилина	Казанский университет Н.И.Савельева
28.	Пламенно-фотометрическое измерение концентрации растворимых соединений рубидия	I-ый Московский мединститут
29.	Хроматографическое измерение концентрации тиотреххлористого фосфора	Львовский мединститут
30.	Газохроматографическое измерение концентрации тримеллитовой кислоты	Уфимский НИИНЕФТЕХИМ
31.	Хроматографическое измерение концентрации триметилфосфита	Львовский мединститут
32.	Газохроматографическое измерение концентрации триэтилортоацетата	Университет дружбы народов им. П.Лумумбы
33.	Газохроматографическое измерение концентрации 3-феноксибензальдегида	Университет дружбы народов им. П.Лумумбы
34.	Флуориметрическое измерение концентрации фенибута	Рижский мединститут

I	2	3
35.	Полярографическое измерение концентрации фосфида цинка	ЦОЛИУВ, Москва Киевский НИИ ГТ и ПЗ
36.	Фотометрическое измерение концентрации фталазола	ВНИХФИ, г.Купавна
37.	Хроматографическое измерение концентрации хардина	Львовский мединститут
38.	Фотометрическое измерение концентрации хлористого аммония	Армянский НИИ ГТ и ПЗ
39.	Газохроматографическое измерение концентрации циклогесена	НИИ ГТ и ПЗ

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным методическим указаниям

Наименование вещества	Методические Указания
I	2
Сополимеры и полимеры на основе акриловых и метакриловых мономеров	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок М., 1981, с. 235 (переиздание сборник МУ, выпуски I-5)
Полиамфолиты ПА-I, ПА-IМ, ПА-I2I	- " -
лагоден	- " -
оксалон	- " -
катализатор ИМ-220I	Методические указания на фотометрическое определение окиси хрома, выпуск М., 1979, с. I08
Титана сульфид и дисульфид	Методические указания по полярографическому измерению вольфрама в воздухе рабочей зоны, выпуск XIX, М.,1984, с.I3
Вольфрама сульфид и дисульфид	Методические указания по полярографическому измерению концентраций титана в воздухе рабочей зоны, выпуск XIX, М., 1984, с. I29
Сварочный аэрозоль при содержании марганца до 20 %	Методические указания на определение вредных веществ в сварочном аэрозоле (твердая фаза и газы), М., 1981, с.
Сварочный аэрозоль при содержании марганца от 20 до 30 %	

Приложение 5

Указатель определяемых веществ

Аллилдифенилоксид (Алотерм-I) 86
Аллилпропилендиамин I
Ангидрид тримеллитовой кислоты 91
Бис-N,N-гексаметиленкарбамид (карбоксид) 96
Бис- (2-метил-3-окси-4-оксиметил-5-метилпиридил) дисульфида дигидрохлорида (пиридитол) 5
Бис-фосфит I02
Бутоксибутенин I0
1,I0-декандикарбоновая кислота I7
Декацил 58
Диборид магния 22
Диборид титана-хрома 22
Диметилсебацинат I07
Диметилфосфит II2
Дихлорфенилметан (ингибитор ВНХ-Ф 20) 27
Диэтилентриаминпентаацетата меди тринатриевая соль 64
Децениловый спирт 58
Изопропенилацетилен II8
Карбамоил-3(5)-метилпиразол 70
Красная и желтая кровяная соль I22
Люминофор Р-385 I27
Метилизобутилкарбинол 32
Метилцеллозольв 36
Монобензилтолуол I32
3-нитро-4-хлоранилин I37
Рубидия растворимые соединения I45
Стронция фосфорнокислый двузамещенный 42
Тетрахлористый фосфор I50
Тримеллитовая кислота I54
Триметилфосфит 75
Триэтилортоацетат I65
Фенетол 46
Фенибут I79
3-феноксибензальдегид I69
Фосфид цинка I78
Фтивазол I84

Хардин 189
Хлористый аммоний 193
Циклододеканол 50
Циклододеканон 50
Циклогексен 198
Цинковый комплекс нитрилотрифенилфосфоновой кислоты тринатриевой соли и растворимого железного комплекса нитрилотриметилфесфоновой кислоты динатриевой соли 80

Содержание.

I. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций алкилпропилендиамина в воздухе рабочей зоны I

2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций бис-(2-метил-3-окси-4-оксиметил-4-метилпиридин) дисульфида дигидрохлорида (пиридитол) в воздухе рабочей зоны 5

3. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации бутоскибутенина в воздухе рабочей зоны I0

4. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций I,I0 декандикарбоновой кислоты (I,I0 ДДК) в воздухе рабочей зоны I7

5. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации диборида магния, диборида титана-хрома и металлокерамического сплава (на основе диборида титана-хрома) в воздухе рабочей зоны 22

6. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диморфолинфенилметана (ингибитора ВИХ-Л-20) в воздухе рабочей зоны 27

7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилизобутилкарбинола в воздухе рабочей зоны 32

8. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилцеллозольва в воздухе рабочей зоны 36

9. Методические указания по пламеннофотометрическому измерению концентраций стронция фосфорнокислого двузамещенного в воздухе рабочей зоны 42

I0. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации фенетола в воздухе рабочей зоны 46

II. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций циклододеканола и циклододеканона в воздухе рабочей зоны 50

I2. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций деканола и додецилового спирта в воздухе рабочей зоны 58
I3. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентрации диэтилентриаминпентаацетата меди тринатриевой соли (ДТПА Э/а) в воздухе рабочей зоны 64
I4. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации карбамоил-3(5)-метилпиразола в воздухе рабочей зоны 70
I5. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций триметилфосфита в воздухе рабочей зоны 75
I6. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации цинкового комплекса нитрилотрифенилфосфоновой кислоты тринатриевой соли и растворимого железного комплекса нитрилотриметилфосфоновой кислоты динатриевой соли в воздухе рабочей зоны..... 80
I7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций алкилдифенилоксидов (Алотерма-I) в воздухе рабочей зоны 86
I8. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций тримеллитовой кислоты в воздухе рабочей зоны 9I
I9. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бис-1,1-гексаметиленкарбамида (карбоксида) в воздухе рабочей зоны 96
20. Методические указания по измерению концентраций бис-фосфита в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии I02
2I. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диметилсебацината в воздухе рабочей зоны I07
22. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диметилфосфита в воздухе рабочей зоны II2

23. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изопропенилацетилена в воздухе рабочей зоны 118
24. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций красной и желтой кровяной соли в воздухе рабочей зоны 122
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций люминофора Р-385 в воздухе рабочей зоны 127
26. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций монобензилтолуола (МБТ) в воздухе рабочей зоны 132
27. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3 нитро-4-хлоранилина в воздухе рабочей зоны 137
28. Методические указания по пламенно-фотометрическому измерению концентраций растворимых соединений рубидия в воздухе рабочей зоны 145
29. Методические указания по измерению концентраций тиотреххлористого фосфора методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны 150
30. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций тримеллитовой кислоты в воздухе рабочей зоны 154
31. Методические указания по измерению концентраций трифенилфосфита методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны..... 161
32. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций триэтилортоацетата (ТЭОА) в воздухе рабочей зоны 165
33. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации 3-феноксибензальдегида (3-ФБА) в воздухе рабочей зоны 169
34. Методические указания по флуориметрическому измерению концентрации фенибута в воздухе рабочей зоны 173
35. Методические указания по полярографическому измерению концентрации фосфида цинка в воздухе рабочей зоны 178

36. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций фталазола в воздухе рабочей зоны 184
37. Методические указания по измерению концентраций хлодина в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии 189
38. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций хлористого аммония в воздухе рабочей зоны 193
39. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации циклогексена в воздухе рабочей зоны 198
40. Приложение I 202
41. Приложение 2 203
42. Приложение 3 204
43. Приложение 4 208
44. Приложение 5 209

gost.e-ecolog.ru

29 от. 30.07.85 п. л. Зак. №1576 тир. 6250
Типография Министерства здравоохранения СССР