МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

(переработанные технические условия, выпуск 8)

Москва – 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

/переработанные технические условия выпуск 8/

Москва - 1983 г.

Сборник Методических указаний составлен на основе ранее опубликованного 8 выпуска технических условий. Включенные в сборник методики переработаны в соответствии с требованиями ГОСТ'а I2.I.005-76. Некоторые устаревшие методики заменены новыми.

Настоящие Методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле и имеют ту же юридическую силу, что и Технические условия.

Редакционная коллегия: Р.Н.Македонская, С.И.Муравьева
Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

С О Д Е Р Ж А Н И Е

стр.

I. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций азотистокислого натрия в воздухе .. 4

2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций алюминийорганических соединений в воздухе 8

3. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аминазина в воздухе 13

4. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 5-амино-8-окси-3,7-дибром-I,4-нафтохинонимина в воздухе 17

5. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций антрацена в воздухе 21

6. Методические указания по измерению концентраций бромистого метила в воздухе 25

7. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилбутилового эфира в воздухе . 29

8. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций I,2-дибромпропана в воздухе . . . 33

9. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диметилацетамида в воздухе 37

10. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций о-дихлорбензола и п-дихлорбензола в воздухе 41

II. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 2,3-дихлор-I,4-нафтохинона в воздухе 46

I2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диэтилхлортиофосфата в воздухе . . 50

I3. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций изопропилхлорформиата /изопропилхлоркарбоната/ в воздухе 55

отр.

I4. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций кадмия в воздухе 60

I5. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций метилнитрофоса в воздухе 64

I6. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 4-метиламино-I-оксиэтиламино-антрахинона в воздухе 68

I7. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нитрометана в воздухе 71

I8. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-оксидифениламина в воздухе . . . 75

I9. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций перхлорметилмеркаптана в воздухе . 78

20. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций симазина, пропазина и антразина в воздухе 82

2I. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций симазина в воздухе 86

22. Методические указания по полярографическому измерению концентраций сурьмы в воздухе 90

23. Методические указания по полярографическому измерению концентраций пятихлористой сурьмы в воздухе . . 97

24. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций толуола, бутилацетата и бутилового спирта в воздухе 102

25. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций треххлористой и треххлористой сурьмы в воздухе 107

26. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций трихлорэтилена, тетрахлорэтана и тетрабромэтана в воздухе 111

27. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций трихлорэтилена и тетрахлорэтилена /перхлорэтилена/ в воздухе 117

стр.

28. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций тетрахлорэтилена /перхлорэтилена/ в воздухе 121

29. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций трикрезилфосфата и триксиленилфосфата в воздухе 126

30. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций трихлорбензола в воздухе 131

31. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций солянокислого п-фенетидина в воздухе 135

32. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3-хлор-1-бромпропана и 2-хлорэтансульфохлорида в воздухе 139

33. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций м-хлорфенилизоцианата и п-хлорфенилизоцианата в воздухе 145

34 Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-хлоранилина и м-хлоранилина в воздухе 149

35. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций хлорбензола и бромбензола в воздухе 153

36. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций хлорангидрида трихлоруксусной кислоты в воздухе 158

37. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций цианурхлорида /хлористого цианура/ в воздухе 162

Приложение 1. Приведение объема воздуха к стандартным условиям 167

Приложение 2. Таблица коэффициентов для различных температур и давления 168

Приложение 3. Список институтов, представивших методики 169

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО
"22" апреля 1983 г.
№ 2769-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ТЕТРАХЛОРЭТИЛЕНА /перхлорэтилена/ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

$CCl_2 = CCl_2$ М = 165,8

Желтый порошок. Плотность 2,98 при 20°, $T_{пл}$ 187°, $T_{кип}$ - возгоняется.

Растворяется в сероуглероде, бензоле, хлороформе, толуоле, трудно растворим в спирте и эфире. В воде нерастворим.

I. Характеристика метода

Определение основано на окислении тетрахлорэтилена до хлорангидрида трихлоруксусной кислоты, превращении его в трихлоруксусную кислоту, которая при взаимодействии с пиридином и анилином образует дианилид глутаконового альдегида.

Отбор проб проводится с концентрированием на силикагель.

Предел измерения тетрахлорэтилена 1 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе 1 мг/м^3 /при отборе 1 л/.

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе 1-40 мг/м^3.

Определению мешают хлорбензол, дихлорбензол, трихлорбензол.

Граница суммарной погрешности измерения в воздухе не превышает ±25%.

Предельно допустимая концентрация тетрахлорэтилена в воздухе 10 мг/м^3.

2. Реактивы и растворы

Тетрахлорэтилен, х.ч., ТУ 6-09-4084-75, $T_{кип}$ 121°С.

Основной раствор. Во взвешенную мерную колбу на 10 мл, содержащую 2-3 мл уксусной кислоты, вносят 250-300 мг тетрахлорэтилена, взвешивают вторично и доводят уксусной кислотой до метки.

Стандартный раствор № 1, содержащий 25 мг/мл, готовят соответствующим разбавлением основного раствора уксусной кислотой.

Стандартный раствор № 2, содержащий 100 мкг/мл, и стандартный раствор № 3, содержащий 10 мкг/л, готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 серной кислотой. Стандартные растворы № 2 и № 3 устойчивы в течение 10 суток.

Пиридин, ч.д.а., ГОСТ 13647-78, очищенный.

Пиридин кипятят 1 ч в колбе с обратным холодильником в присутствии щелочи /на 100 мл пиридина 6-7 г щелочи/, затем перегоняют, предварительно добавив на каждые 100 мл пиридина 3-4 г кристаллической щелочи. Отбирают фракцию, кипящую при 114-116°С. Хранят в темном месте.

Анилин, ч.д.а., ГОСТ 5819-78, перегнанный, $T_{кип}$ 184,4°С.

Кислота уксусная, х.ч., ГОСТ 61-75, ледяная.

Кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77, плотность 1,84.

Натр едкий, х.ч., ГОСТ 4328-77, 20% и 1 Н растворы.

Калий азотнокислый, х.ч., ГОСТ 4217-77. Сушат в течение 1 ч при 80°С.

Силикагель. Адсорбент размалывают в ступке, отбирают фракцию с размером зерен 0,25–0,5 мм, кипятят 3 ч с азотной кислотой /1:3/, промывают, сушат и активируют 2–3 ч при 350–400°С.

3. Приборы и посуда

Фотоколориметр или спектрофотометр

Аспирационное устройство

Стеклянная трубка, длиной 50 мм, диаметром 4 мм.

Пробирки с притертыми пробками, высотой 120 мм и внутренним диаметром 15 мм

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

Колбы мерные, вместимостью 10 и 25 мл, делительные воронки вместимостью 15–20 мл, ГОСТ 1770–74.

Баня водяная.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,3–0,5 л/мин аспирируют через стеклянную трубку, содержащую 200 мг силикагеля. Силикагель закрепляют в трубке пыжами из медной нелакированной проволоки. Пробы сохраняются 1 сутки.

Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 0,5 л воздуха в течение 1 минуты.

Условия анализа

Из трубки вынимают пыжи, силикагель высыпают в пробирку с притертой пробкой, вносят 40–50 мг азотнокислого калия и 0,5 мл серной кислоты, тщательно перемешивают, через 20 минут приливают 0,5 мл воды и осторожно небольшими порциями, при пе-

ремешивании, добавляют 2,5 мл 20% раствора едкого натра. В теплую смесь /не допуская кристаллизации/ вносят 2 мл пиридина и смесь энергично встряхивают в течение I минуты. Переливают в делительную воронку, после расслоения нижний слой сливают. Отбирают в колориметрическую пробирку 2 мл пиридинового слоя, добавляют I,3 мл пиридина, 0,3 мл I Н раствора едкого натра, перемешивают и нагревают 3 минуты в кипящей водяной бане. После охлаждения вносят 0,5 мл уксусной кислоты, 0,[illegible] мл анилина, разбавляют до 8 мл водой и через I5 минут фотометрируют при длине волны 485-495 нм в кювете с толщиной слоя 20мм.

Содержание тетрахлорэтилена в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов, согласно таблице 25.

Таблица 25.

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор, содержащий I0 мкг/мл, мл	Стандартный раствор, содержащий I00 мкг/мл, мл	Серная кислота, мл	Содержание тетрахлорэтилена, мкг
I	0	-	0,5	0
2	0,I	-	0,4	I
3	0,2	-	0,3	2
4	0,5	-	0	5
5	-	0,I	0,4	I0
6	-	0,I5	0,35	I5
7	-	0,2	0,3	20
8	-	0,3	0,2	30
9	-	0,4	0,I	40

Шкалу стандартов обрабатывают аналогично пробам.

Концентрацию тетрахлорэтилена в мг/м^3 воздуха /λ/ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{M \cdot V_1}{V \cdot V_0}$$, где

M – количество тетрахлорэтилена, найденное в анализируемом объеме пробы, мл;

V_1 – общий объем пробы, мл;

V – объем пробы, взятый для анализа, мл;

V_0 – объем воздуха /л/, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле /см. приложение 1/.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

К О Э Ф Ф И Ц И Е Н Т Ы

Для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°С и атмосферное давление 101,33 кПа /760 мм рт.ст./

°С	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,40	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
-30	1.1582	1.1646	1.1709	1.1772	1.1836	1.1899	1.1963	1.2026	1.2058	1.2122	1.2185
-26	1.1393	1.1456	1.1519	1.1581	1.1644	1.1705	1.1768	1.1831	1.1862	1.1925	1.1986
-22	1.1212	1.1274	1.1336	1.1396	1.1458	1.1519	1.1581	1.1643	1.1673	1.1735	1.1795
-18	1.1036	1.1097	1.1158	1.1218	1.1278	1.1338	1.1399	1.1460	1.1490	1.1551	1.1611
-14	1.0866	1.0926	1.0986	1.1045	1.1105	1.1164	1.1224	1.1284	1.1313	1.1373	1.1432
-10	1.0701	1.0760	1.0819	1.0877	1.0936	1.0994	1.1053	1.1112	1.1141	1.1200	1.1258
-6	1.0540	1.0599	1.0657	1.0714	1.0772	1.0829	1.0887	1.0945	1.0974	1.1032	1.1089
-2	1.0385	1.0442	1.0499	1.0556	1.0613	1.0669	1.0726	1.0784	1.0812	1.0869	1.0925
0	1.0309	1.0366	1.0423	1.0477	1.0535	1.0591	1.0648	1.0705	1.0733	1.0789	1.0846
+2	1.0234	1.0291	1.0347	1.0402	1.0459	1.0514	1.0571	1.0627	1.0655	1.0712	1.0767
+6	1.0087	1.0143	1.0198	1.0253	1.0309	1.0363	1.0419	1.0475	1.0502	1.0557	1.0612
+10	0.9944	0.9999	1.0054	1.0108	1.0162	1.0216	1.0272	1.0326	1.0353	1.0407	1.0460
+14	0.9806	0.9860	0.9914	0.9967	1.0027	1.0074	1.0128	1.0183	1.0209	1.0263	1.0316
+18	0.9671	0.9725	0.9778	0.9830	0.9884	0.9936	0.9989	1.0043	1.0069	1.0122	1.0175
+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	0.9492	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

Приложение 3

С П И С О К

институтов, предоставивших методики в данный сборник

Вещество	Наименование института
1	2
Азотистокислый натрий	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Алюминийорганические соединения	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Аминазин	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Антрацен	Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний
Бромистый метил	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Винилбутиловый эфир	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
1,2-Дибромпропан	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Диметиланетамид	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
о-Дихлорбензол и п-Дихлорбензол	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
2,3-Дихлор-1,4-нафтохинон	Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Диэтилхлортиофосфат	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Изопропилхлорформиат /изопропилхлоркарбонат/	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Кадмий	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Метилнитрофос	ВНИИГинтоко, г. Киев

1	2
Нитрометан	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Перхлорметилмеркаптан	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Симазин	Институт железнодорожной гигиены ГСУ МПС, г. Москва
Симазин, пропазин, атразин	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Сурьма	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва, Ленинградский институт охраны труда
Пятихлористая сурьма	Ленинградский институт охраны труда
Толуол, бутилацетат, бутиловый спирт	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Трехфтористая и треххлористая сурьма	Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Трихлорэтилен, тетрахлорэтан, тетрабромэтан	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Трихлорэтилен, тетрахлорэтилен	Белорусский санитарно-гигиенический институт, г.Минск, Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Трикрезилфосфат и трикоиленилфосфат	Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Трихлорбензол	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
о-Хлорфенилизоцианат и п-хлорфенилизоцианат	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Хлорбензол и бромбензол	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Хлорангидрид трихлоруксусной кислоты	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Цианурхлорид	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний

gost.e-ecolog.ru

А-72113 от 14.08.63г. Зак. 1595 Тир. 7160.
Типография Министерства Здравоохранения СССР.