Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

(переработанные и дополненные технические условия, ВЫПУСКИ № 6-7)

Москва, 1982 г.

gost.e-ecolog.ru

Сборник методических указаний составлен на основе ранее опубликованных выпусков технических условий №№ 6-7. Включенные в сборник методики переработаны в соответствии с требованиями ГОСТ"а I2.1.005-76. 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.

Методические указания подготовлены сотрудниками лабораторий санитарно-химических методов исследования Института гигиены труда и профессиональных заболеваний АМН СССР.

Редакционная коллегия: М.Д.Бабина, С.И.Муравьева, Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

Утверждаю

Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

_____ А.И.Заиченко

"12" декабря 1984г.

№ 2602

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЭТИЛМЕРКАПТАНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

CH_3CH_2SH M = 62,0

I. Характеристика метода

Определение основано на реакции этилмеркаптана с ацетатом ртути (II), диметил-п-фенилендиамином и хлоридом железа (III) и измерении оптической плотности окрашенного в красный цвет продукта реакции.

Отбор проб проводится с концентрированием в 0,5% раствор ацетата ртути.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 2,5 мкг.

Предел измерения в воздухе - 0,2 мг/м^3 (при отборе 15 л).

Диапазон измеряемых концентраций этилмеркаптана в воздухе 0,2 - 3,5 мг/м^3.

Определению этилмеркаптана мешают этил и бутилмеркаптаны. Не мешают определению ацетальдегид, формальдегид, акролеин, метиловый спирт, метилмеркаптопропионовый альдегид.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает ±25%.

Предельно допустимая концентрация этилмеркаптана в воздухе - Iмг/м^3.

2. Реактивы и растворы

Этилмеркаптан, 6-09-4706-67,ч.

Основной раствор этилмеркаптана. В мерную колбу на 25-50мл вносят I0мл 0,5% раствора уксуснокислой ртути, взвешивают, добавляют 2 капли этилмеркаптана, взвешивают вторично и доводят тем же растворителем до метки. Рассчитывают количество вещества в I мл раствора.

Стандартный раствор этилмеркаптана с содержанием 50мкг/мл. Готовят соответствующим разведением основного раствора 0,5% раствором уксуснокислой ртути. Сохраняется I месяц.

Стандартный раствор можно готовить из этилмеркаптида свинца. Коэффициент пересчета этилмеркаптида свинца на этилмеркаптан 0,446.

Навеску I00-200мг этилмеркаптида свинца растворяют в мерной колбе на 25-50мл в 5% растворе уксуснокислой ртути.

Разведением основного раствора 0,5% раствором уксуснокислой ртути готовят стандартный раствор, содержащий II2,2мкг/мл этилмеркаптида, эквивалентный содержанию 50 мкг. этилмеркаптана в Iмл.

Ацетат свинца, ГОСТ I027-67, I% раствор (фильтруют перед употреблением).

Ацетат ртути (II),ГОСТ 5509-5I, 0,5% и 5% растворы.

Кислота соляная, ГОСТ 3II8-67, пл. = I,I9

Кислота азотная, ГОСТ 446I-67, 2н.раствор.

Хлорид железа (III),ГОСТ 4I47-65, 8% раствор.

Диметил-п-фенилендиамин гидрохлорид, МРТУ 6-09-635-63, 0,5% раствор в концентрированной соляной кислоте (раствор А).

Хлорид железа /III/ в растворе азотной кислоты. Сливают равные объемы 8% раствора хлорида железа и 2 н. раствора азотной кислоты /раствор Б/.

Составной реактив. Перед употреблением сливают вместе 3 объема раствора А и 1 объем раствора Б. Реактив устойчив в течение 1 суток.

Этилмеркаптид свинца. Пары этилмеркаптана пропускают через раствор ацетата свинца. Раствор фильтруют через воронку Бюхнера и осадок этилмеркаптида свинца сушат между листами фильтровальной бумаги, а затем над гранулированным хлористым кальцием.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство

Фотоэлектроколориметр

Воронки Бюхнера

Поглотительные сосуды Зайцева

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

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью 1, 2, 5 и 10 мл

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 и 50 мл

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух аспирируют со скоростью 0,5 л/мин через поглотительный сосуд, заполненный 5 мл 0,5% раствора ацетата ртути.

Для определения 1/2 ПДК этилмеркаптана достаточно отобрать 5 л воздуха в течение 10 мин.

Условия анализа

Исследуемые растворы переносят в колориметрические пробирки, доливают до 9 мл водой, вносят 0,5 мл свежеприготовленного составного реактива и пробирки помещают на 10 мин в кипящую водяную баню.

После охлаждения оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре при длине волны 496нм. в кювете с толщиной слоя 2см. Окраска растворов сохраняется в течение 6 часов.

Содержание этилмеркаптана в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения графика готовят шкалу стандартов, согласно таблице 39.

Таблица 39

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный р-р, содержащий 50мкг/мл, мл	Ацетат ртути 0,5% раствор, мл	Содержание этилмеркаптана, мкг
0	0	5	0
I	0,05	4,95	2,5
2	0,I	4,9	5,0
3	0,2	4,8	I0
4	0,4	4,6	20
5	0,6	4,4	30
6	0,8	4,2	40
7	I,0	4,0	50

Пробирки шкалы стандартов обрабатывают аналогично пробам.

Концентрацию этилмеркаптана в мг/м^3 воздуха /X/ вычисляют по формуле: $X = \frac{G \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}$, где

G - количество этилмеркаптана, найденное в анализируемом объеме, мкг.

V_1 - общий объем пробы, мл.

V - объем пробы, взятый для анализа, мл.

V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение I).

Приложение I.

Формула приведения объема воздуха к стандартным условиям

Согласно требованиям ГОСТ"а I2.I.005-76 объем отобранного воздуха приводят к стандартным условиям - температуре 20°С и барометрическому давлению I0I,33 кПа /760 мм рт.ст./ по 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;

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Для упрощения расчетов пользуются коэффициентами К /приложение 2/, вычисленными для температур в пределах от минус 30 до плюс 30°С и давлений от 97,33 до I0I,86 кПа /730-764 мм рт.ст./.

Приложение 2

Коэффициенты К для приведения объема воздуха к стандартным условиям.

°C	Давление Р, кПа/мм.рт.ст.									
	97,33/730	97,86/734	98,4/738	98,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,33/760	101,86/764
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
-6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
-2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0476	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+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	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 9

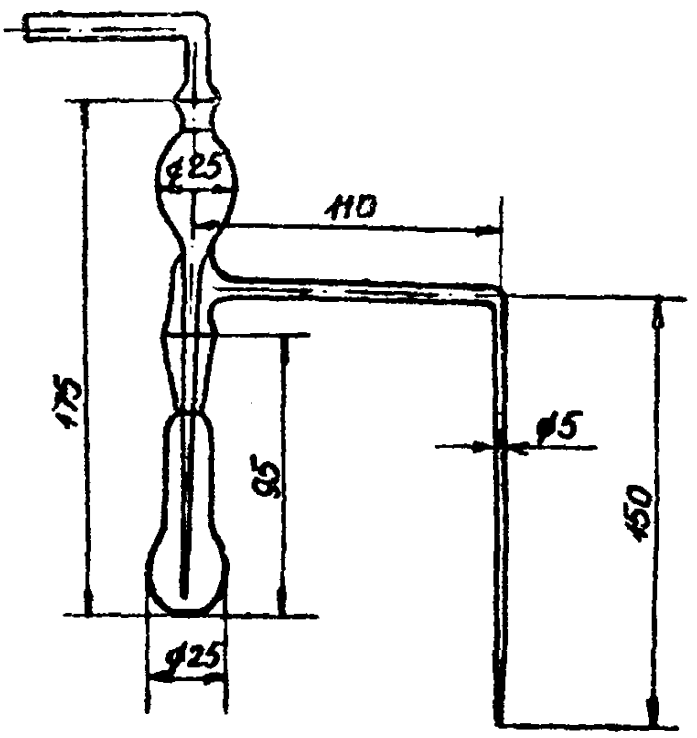


Рис. I Прибор для сожжения хлорорганических ядохимикатов

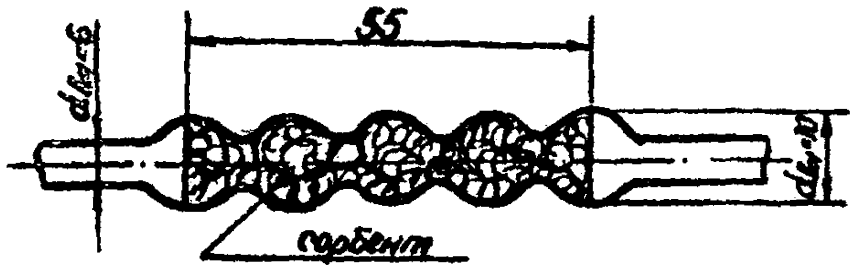


Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

Рис. 3 Очистительная система. 1-склянка Тищенко,
2- поглотитель с натронной известью.

Приложение 4.

Список институтов, редставивших новые методики в данный сборник

Наименование методики	Наименование института
1	2
Фотометрическое определение акрилонитрила	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение акриловой и метакриловой кислот	" - "
Фотометрическое определение аллилового спирта	" - "
Фотометрическое определение хлористого метила и хлористого этила	" - "
Фотометрическое определение 3,4-дихлорпропионанилида	" - "
Фотометрическое определение толуилендиамина	" - "
Спектрофотометрическое определение карбазола	Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение кротонового альдегида	Штаб военизированных горноспасательных частей Урала /г. Свердловск/
Фотометрическое определение 1- и 2-метилнафталинов	Донецкий институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение аценафтена	" - "
Фотометрическое определение коллидина	" - "
Газохроматографическое определение метилнафталина и нафталина	Ангарский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение хлорной ртути /сулемы/	" - "

1	2
Определение хлорной ртути методом атомно-абсорбционного анализа	Ангарский институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение нафталина	Белорусский санитарно-гигиенический институт
Определение ртутьорганических ядохимикатов	Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение эфирсульфоната	" - "
Хроматографическое определение этилмеркурхлорида	ВНИИГИНТОКС
Фотометрическое определение этилмеркаптана	Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение дихлорэтана	Новосибирский санитарный институт
Фотометрическое определение окиси мезитила	" - "

gost.e-ecolog.ru