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.ЗАЙЧЕНКО

"12" мая 1982 г.

№ 2601

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЭФИРСУЛЬФОНАТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

$ClC_6H_4O \cdot SO_2 \cdot C_6H_4Cl$ M=303,2

I. Характеристика метода

Определение основано на взаимодействии эфирсульфоната с орто-толидином с образованием продукта реакции, окрашенного в желтый цвет. Отбор проб проводится с концентрированием на фильтрующий материал.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 2 мкг.

Предел измерения в воздухе 1 мг/м^3 / при отборе 10 л /.

Диапазон измеряемых концентраций эфирсульфоната в воздухе 1-5 мг/м^3.

Метод специфичен в присутствии хлор-органических соединений: алдрина, гексахлора, гексахлорана, гексахлорбензола, ДДТ, далдрина, диптала, карбина, метоксихлора, тетрахлорнитробензола, хлорнилана, ДДД /2,2-Бис/п-хлорфенил/-1,1-дихлорэтан/. Определению мешают ДДВФ /диметилдихлорвинилфосфат/, хлорофос.

Граница суммарной погрешности измерения эфирсульфоната

в воздухе не превышает ± 25%.

Предельно допустимая концентрация эфирсульфоната в воздухе - 2 мг/м^3.

2. Реактивы, растворы и материалы.

Эфирсульфонат. Процентное содержание эфирсульфоната проверяют следующим образом. 0,01 г препарата растворяют в мерной колбе в 100 мл эфира. Для анализа берут 2 мл эфирного раствора. Растворитель удаляют, а сухой остаток подвергают мокрому сожжению смесью серной кислоты с бихроматом калия при температуре 140 °С. Образовавшийся в процессе сожжения свободный хлор поглощают смесью растворов иодистого кадмия с крахмалом, в результате чего выделяется эквивалентное количество иода. Выделившийся иод определяют титрометрическим или фотометрическим способами. Необходимые реактивы, а также ход определения хлорорганического препарата описан в сборнике " Методические указания на определение вредных веществ в воздухе" вып. I-5.

Определяют среднеарифметическое из нескольких результатов и рассчитывают содержание эфирсульфоната в растворе.

Стандартный раствор эфирсульфоната, содержащий 10 мкг/мл. Готовят соответствующим разведением основного раствора эфиром.

Ацетон, ГОСТ 2603-71, перегнанный.

Орто-толидин, ГОСТ 2626-51, 5% раствор в ацетоне. Готовят в день анализа.

Натр едкий, ГОСТ 4328-77, 0,5% раствор.

Перекись водорода, ГОСТ 10929 -64, 3% раствор. Хранят в темной склянке.

Щелочной раствор перекиси водорода: три объема 0,5% раствора едкого натра смешивают с двумя объемами 3% раствора

перекиси водорода. Раствор готовят перед употреблением.

Эфир диэтиловый, медицинский для наркоза, ГОСТ 6265-52, перегнанный, не содержащий примеси хлоридов.

Вата стеклянная - "шерсть", обработанная азотной кислотой /I:3 /, промытая водой до нейтральной реакции и высушенная при температуре IOO-II0 °С.

3. Приборы и посуда.

Стеклянные воронки с пористой пластинкой № I / внутренний диаметр широкого конца 25 мм /.

Колбы мерные, ГОСТ I770-74, емкостью 50, I00 мл.

Пробирки колориметрические из бесцветного стекла, высотой I20 мм и внутренним диаметром I5 мм.

Воронки химические, диаметром 30-40 мм.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью I, 2, 5 и I0 мл.

Груша резиновая.

4. Проведение измерения.

Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью I л/мин. протягивают через стеклянную воронку с пористой пластинкой № I, в которую помещают 0,3-0,5г стеклянной ваты "шерсти".

Для определения I/2 ПДК достаточно отобрать I0 л воздуха в течение I0 минут.

Условия анализа.

Узкий конец воронки опускают в пробирку и пробу дважды обрабатывают по 25 мл эфира, отжимая вату с помощью стеклянной лопаточки. I мл эфирного раствора вносят в колориметрическую пробирку. Эфир выпаривают досуха, погружая пробирки в водяную баню, нагретую до 40 °С. После удаления эфира в пробирки вносят по I мл дистиллированной воды. Затем добавляют по I мл ацетонового раствора орто-толидина и по I мл щелочно-

го раствора перекиси водорода. Растворы встряхивают и через 10 минут фотометрируют при длине волны 460 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм.

Содержание эфирсульфоната в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице 38.

Таблица 38

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор, мл	Эфир, мл	Содержание сульфоната, мкг
1	0	1	0
2	0,2	0,8	2
3	0,4	0,6	4
4	0,6	0,4	6
5	0,8	0,2	8
6	1,0	0	10

Шкалу стандартов обрабатывают аналогично пробам. Шкала устойчива в течение 40-50 мин.

Концентрацию эфирсульфоната в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

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

G – количество эфирсульфоната, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_1 – общий объем пробы, мл;

V – объем пробы, взятый для анализа, мл;

V_{20} – объем воздуха (л), взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение 1).

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

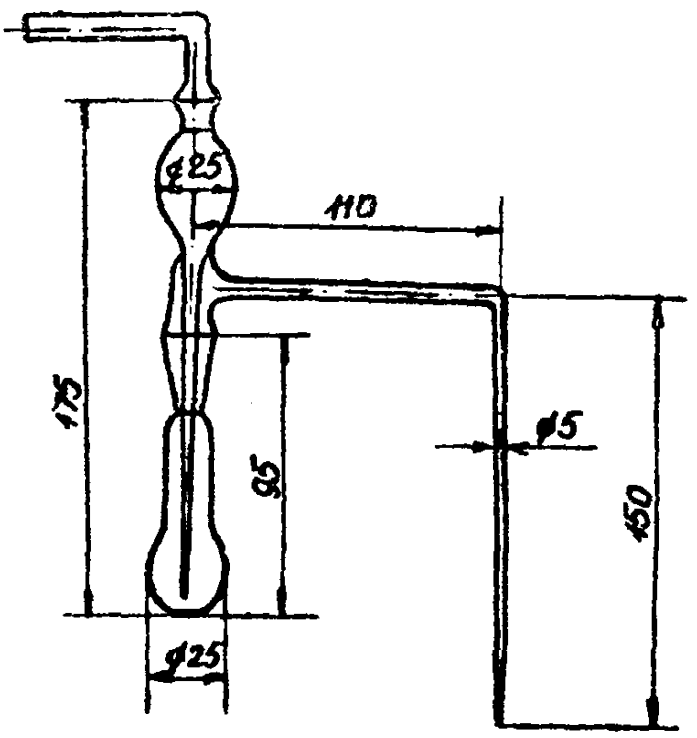

Рис. I Прибор для сожжения хлорорганических ядохимикатов

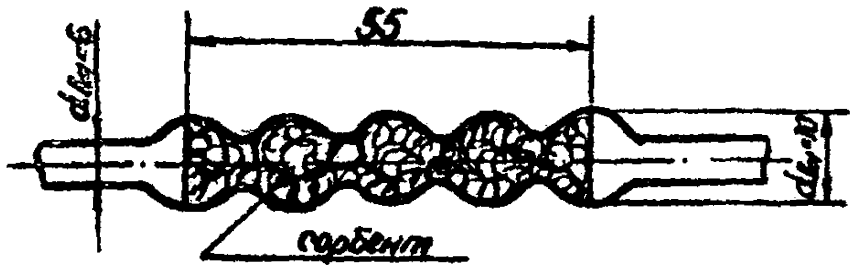

Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

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