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" июня 1982 г.
№ 2599

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ХЛОРИСТОГО МЕТИЛА И ХЛОРИСТОГО ЭТИЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Хлористый метил CH_3Cl M=50,48

Хлористый этил C_2H_5Cl M=64,51

I. Характеристика метода

Определение основано на образовании полиметинового красителя при взаимодействии алифатических хлорпроизводных с пиридином и анилином в кислой среде.

Отбор проб проводится с концентрированием в пиридин.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы хлористого метила - 0,5 мкг, хлористого этила - 1,5 мкг.

Пределы измерения в воздухе хлористого метила - 2,5 мг/м^3, хлористого этила - 15 мг/м^3 /при отборе соответственно 0,2 и 0,1 л воздуха/.

Диапазоны измеряемых концентраций хлористого метила 2,5-50 мг/м^3, хлористого этила - 15-300 мг/м^3.

Определению не мешают хлор и хлористый водород, хлористый метилен, четыреххлористый углерод, 1,2-дихлорэтан, хлор-

пикрин, фосген, хлористый винил, хлористый изопропил, хлорбензол. Другие галоидпроизводные метана, этана, ацетона дают такую же реакцию.

Граница суммарной погрешности измерения хлористого метила и хлористого этила ± 25%.

Предельно допустимая концентрация в воздухе хлористого метила - 5 мг/м^3, хлористого этила - 50 мг/м^3.

2. Реактивы и растворы.

Хлористый метил, т.кип. - 24,1°.

Хлористый этил, т.кип. - 38-39°.

Основной раствор хлористого метила. Во взвешенную мерную колбу емкостью 25 мл с 5 мл пиридина вносят 0,1 мл хлористого метила, охлажденного до минус 50-60°С и вновь взвешивают. Раствор перемешивают, вносят 1,2 мл воды и доводят жидкость пиридином до метки. Раствор сохраняется 2 суток.

Стандартный раствор хлористого метила. Готовят разбавлением пиридином основного раствора с содержанием 5 мкг/мл, сохраняющийся в течение 10 часов.

Основной раствор хлористого этила. Во взвешенную колбу с 5 мл пиридина вносят 0,1 мл хлористого этила, охлажденного до минус 2° - 3°, и вновь взвешивают. Раствор перемешивают, переворачивая колбу, и доводят пиридином до метки. Раствор сохраняется 3 суток.

Стандартный раствор хлористого этила. Готовят разбавлением пиридином основного раствора с содержанием 15 мкг/мл. Раствор сохраняется в течение 10 часов.

Пиридин, ГОСТ 13647-78. Кипятят 1 час с обратным холодильником над кристаллической едкой щелочью. Затем перегоняют, до-

бавив кристаллическую щелочь и отбирают фракцию, выкипающую в пределах 114-115°. Хранят в темной склянке.

Анилин ГОСТ 5819-78. Окрашенный продукт перегоняют.

Едкий натр ГОСТ 4328-66, 1 н. раствор.

Уксусная кислота ГОСТ 61-75, х.ч. ледяная.

Индикаторная вата. Гигроскопическую вату промывают горячим этиловым спиртом, затем водой и сушат при 85-90°. Погружают 10 г ваты на 20 мин. в раствор 40 г иодистого калия в 100 мл воды. Отжимают между листами фильтровальной бумаги и сушат при указанной температуре. Вату используют для улавливания примеси хлора / брома /.

3. Посуда и приборы.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Шприцы, емкостью 100-150 мл

Колбы мерные, ГОСТ 17...-74, емкостью 25 мл.

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

4. Проведение измерения.

Условия отбора проб воздуха.

Не более 200 мл воздуха при определении хлористого метила или 100 мл - хлористого этила аспирируют с помощью шприца через один поглотительный сосуд Зайцева, содержащий 2 мл пиридина при охлаждении до 3-7°. Скорость отбора пробы 200 мл/мин.

В присутствии хлора / брома / перед поглотительным сосудом устанавливают стеклянную трубку / диаметром 6-7 мм /, заполненную 0,2-0,3 г индикаторной ваты. Трубку заменяют в том случае, если окрашенный слой иода, выделившегося от действия галогена на иодистый калий, достигнет середины слоя ваты.

Условия анализа.

Определение хлористого метила. Пробу количественно сливают в пробирку и нагревают 5 мин. при 100° / пробирку неплотно закрывают стеклянной пробкой /. Перемешивают, перевертывая пробирку, вносят 0,5 мл раствора щелочи и нагревают 45 мин. при 100°. После охлаждения подкисляют 0,5 мл уксусной кислоты, вносят 0,1 мл анилина и разбавляют смесь водой до объема 4 мл. Через 15 мин. окрашенный в желто-оранжевый цвет раствор фотометрируют в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны 485–495 нм. Содержание хлористого метила в анализируемом объеме находят по градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице 36. Стандартная шкала сохраняется без изменения в течение 3 ч. Через 20 ч. интенсивность окраски снижается на 10–15%.

Определение хлористого этила. Пробу количественно сливают в пробирку, вносят 0,5 мл раствора щелочи и нагревают 1 ч при 100°. Дальнейший ход анализа аналогичен вышеописанному.

Таблица 36

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор, мл	Пиридин, мл	Содержание вещества, мкг	
			Хлористый метил	Хлористый этил
1	0	2,0	0	0
2	0,1	1,9	0,5	1,5
3	0,2	1,8	1,0	3,0
4	0,4	1,6	2,0	6,0
5	0,8	1,2	4,0	12,0
6	1,2	0,8	6,0	18,0
7	2,0	0	10,0	30,0

Концентрацию хлорированных углеводородов в мг/м^3 воздуха

(X) вычисляют по формуле:

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

Q - количество вещества, найденное в анализируемом объеме раствора, мкг;

V - объем пробы, взятый для анализа, мл;

V_1 - общий объем пробы, мл;

V_{20} - объем аспирируемого воздуха, приведенный к стандартным условиям / см. Приложение I /, л.

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

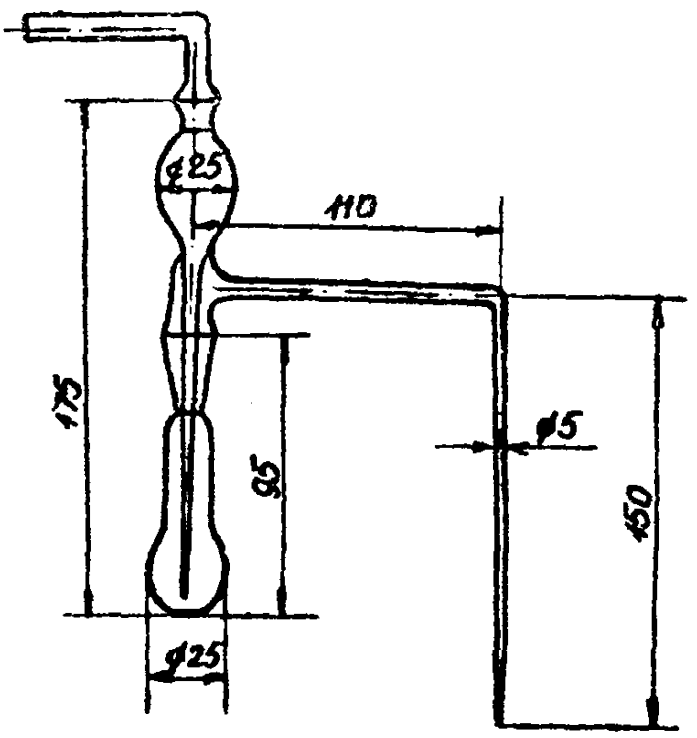


Рис. I Прибор для сожжения хлорорганических ядохимикатов

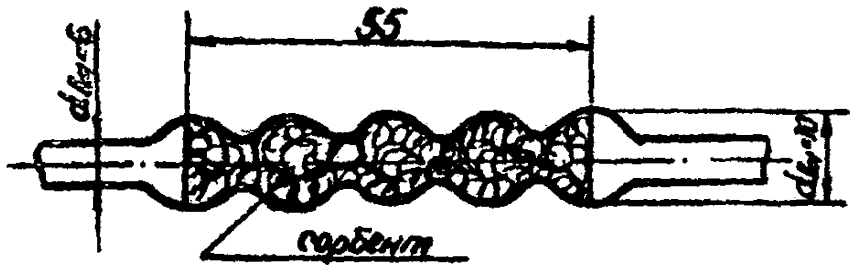


Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

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