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
"13" ____ 1982г.
№ 2598

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ТРИБРОМЭТАНА (БРОМОФОРМА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

$CHBr_3$ М = 252,75

I. Характеристика метода

Определение основано на взаимодействии бромоформа с пиридином и щелочью, продукт гидролиза которого с анилином образует дианилид глутаконового альдегида.

Отбор проб проводится с концентрированием в пиридин.

Предел измерения бромоформа в анализируемом объеме пробы - 0,2 мкг.

Предел измерения бромоформа в воздухе - 0,9 мг/м^3 (при отборе I л).

Диапазон измеряемых концентраций бромоформа в воздухе 0,9 - 12 мг/м^3.

Определению мешают галогеноуглеводороды. Влияние хлора и брома устраняют в процессе отбора проб воздуха.

Граница суммарной погрешности измерения бромоформа ±25%.

Предельно допустимая концентрация бромоформа в воздухе - 5 мг/м^3.

2. Реактивы и растворы

Бромоформ, ГОСТ 5851-51, ч.д.а., перегнанный.

сновной раствор бромоформа. В мерную колбу емкостью 25мл вносят 10мл пиридина, взвешивают, добавляют 0,1мл бромформа, взвешивают вторично и доводят объем жидкости пиридином до метки. Вычисляют содержание бромоформа в 1 мл раствора. Раствор сохраняется 7 дней.

Стандартный раствор бромоформа с содержанием 10мкг/мл. Готовят соответствующим разбавлением основного раствора пиридином. Раствор готовят в день анализа.

Пиридин, ГОСТ 2747-67.

Пиридин кипятят 1 час с обратным холодильником в присутствии щелочи (на 100мл пиридина добавляют 6-7г едкого натра), затем перегоняют, предварительно добавив на каждые 100мл продукта 3-4г кристаллической щелочи. Отбирают фракцию с т.кип.115-116°С. Хранят в темном месте.

Анилин, ГОСТ 5819-70, (окрашенный продукт перегоняют)

Натр едкий, ГОСТ 4328-66, 1н.раствор.

Кислота уксусная, ГОСТ 6175, 98% или ледяная.

Индикаторная вата для задержания хлора и брома.

Гигроскопическую вату промывают горячим этиловым спиртом и высушивают при 85°-90°С. Погружают 10г ваты в раствор 40г иодида калия в 100 мл воды и выдерживают 20мин. Вату отжимают между листами фильтровальной бумаги и сушат при 85-90°С. Хранят в склянке из темного стекла до заметного исчезания.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Фотоэлектроколориметр

Поглотительные сосуды Зайцева.

Пробирки колориметрические с притертыми, из бесцветного стекла высотой 120мм, диаметром 15мм.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 мл

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

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух аспирируют со скоростью 0,1 л/мин через два поглотительных сосуда, содержащих по 2 мл пиридина.

Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 0,4 л воздуха.

В присутствии хлора и брома перед поглотительными сосудами помещают стеклянную трубку /диаметр 7-8 мм/, заполненную 0,5 г индикаторной ваты. Вату заменяют в том случае, если ее окрашенный слой дойдет до половины трубки.

Условия анализа

Из каждого поглотительного прибора по 2 мл пробы переносят в колориметрические пробирки, приливают по 0,5 мл 0,1 н. раствора едкого натра, перемешивают и нагревают 1 мин на кипящей водяной бане. При этом реакционная смесь окрашивается в красный цвет. По охлаждении растворов вносят 0,5 мл уксусной кислоты, 0,1 мл анилина и доводят объем жидкости водой до 4 мл. Через 15 мин измеряют оптическую плотность окрашенных в оранжевый цвет растворов в кюветах с толщиной слоя 10 мм. при длине волны 492-496 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Содержание бромоформа в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице 35.

Таблица 35

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор, содержащий 10мкг/мл, мл.	Пиридин, мл	Содержание бромоформа, мкг.
I	0,09	I,9I	0,9
2	0,I5	I,85	I,5
3	0,3	I,70	3,0
4	0,6	I,40	6,0
5	I,2	0,80	I2,0
6	I,5	0,50	I5,0

Все пробирки шкалы стандартов обрабатывают аналогично пробам. Шкала устойчива в течение 3часов.

Концентрацию бромоформа в мг/м^3 воздуха /X/ вычисляют по формуле:

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

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

V_1 – объем пробы, взятый для анализа, мл;

V – общий объем пробы, мл;

V_{20} – объем воздуха,л, взятый 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

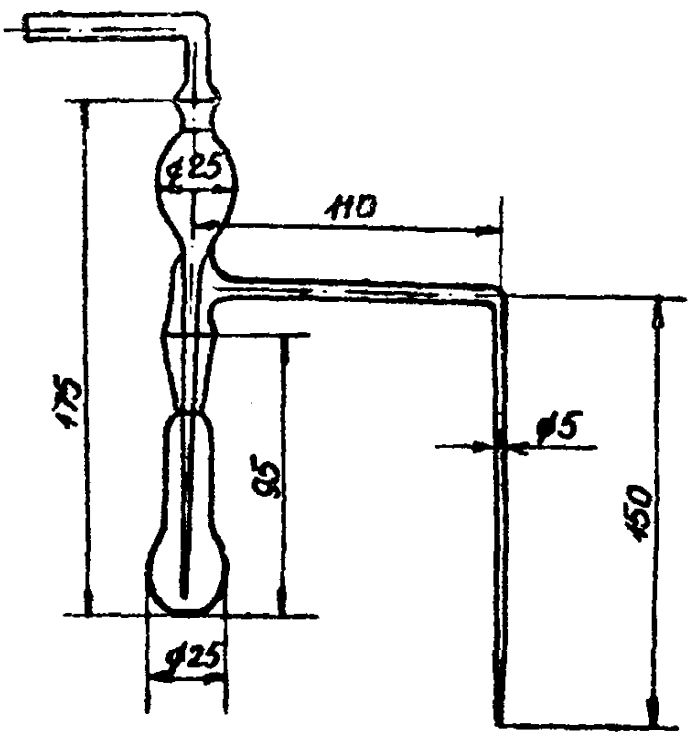

Рис. I Прибор для сожжения хлорорганических ядохимикатов

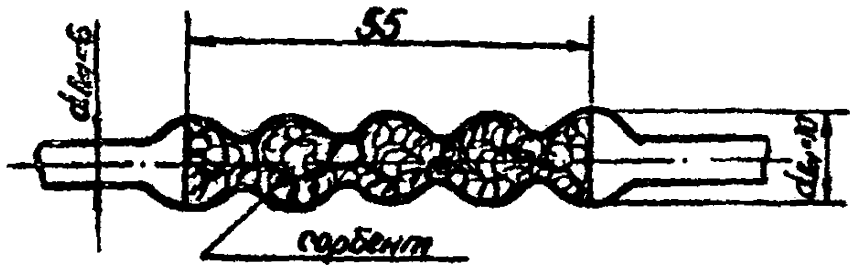

Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

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