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 1982г.
№2586

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ТОЛУИЛЕНДИАМИНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ. *

$CH_3C_6H_3(NH_2)_2$ М-122,17

I. Характеристика метода.

Определение основано на фотометрировании продукта конденсации толуилендиамина с п-диметиламинобензальдегидом.

Отбор проб проводится с концентрированием в 2% раствор п-диметиламинобензальдегида в уксусной кислоте.

Предел измерения толуилендиамина в анализируемом объеме пробы - 0,5 мкг.

Предел измерения в воздухе - 0,08 мг/м^3 / при отборе 6 л /.

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе 0,08-1,6 мг/м^3.

Определению не мешают фосген, хлорбензол и аммиак.

---

* Методика апробирована на производстве при получении толуилендиизоцианата.

Первичные ароматические амины и толуилендиизоцианат мешают определению.

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

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

2. Реактивы и растворы.

Толуилендиамин / смесь 2,4 и 2,6 - изомеров / перекристаллизованный из спирта.

Основной раствор. Во взвешенную колбу емкостью 25 мл с 10 мл ледяной уксусной кислоты вносят навеску / около 30 мг / толуилендиамина и вновь взвешивают. Раствор перемешивают и доводят до метки ледяной уксусной кислотой. Раствор устойчив не менее 1 месяца.

Стандартный раствор с содержанием толуилендиамина 10 мкг/мл. Готовят разбавлением основного раствора 40% уксусной кислотой. Раствор сохраняется не менее 20 суток.

Кислота уксусная, ГОСТ 61-75, ледяная и 40% раствор.

п- Диметиламинобензальдегид, МРТУ 6-09-634-63, свежеприготовленный 2% раствор в 40% уксусной кислоте и 5% раствор в ледяной уксусной кислоте. 2% раствор готовится растворением 0,5 г п-диметиламинобензальдегида в 10 мл уксусной кислоты и затем добавляют 15 мл воды.

Поглотительный раствор. Смешивают равные объемы 2% раствора п-диметиламинобензальдегида и 40% уксусной кислоты. Сохраняется в течение 4-5 часов.

Аммиак, ГОСТ 3760-79, 1% раствор.

3. Приборы и посуда.

Фотоэлектроколориметр

Поглотительные сосуды Зайцева

Аспирационное устройство

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 мл

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

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

4. Проведение измерения.

Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 0,3-0,4 л/мин. аспирируют через поглотительный сосуд Зайцева с 4 мл поглотительного раствора.

В присутствии толуилендиизоцианата исследуемый воздух аспирируют через поглотительный сосуд Зайцева с 4 мл 1% раствора аммиака.

Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 0,5 - 1 л воздуха в течение 2-3 минут.

Условия анализа.

Окрашенный в желтый цвет раствор выливают в колориметрическую пробирку, сосуд ополаскивают поглотительным раствором и доводят объем жидкости до 4 мл. Фотометрируют в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны 430-450 нм. Окрашенные растворы сохраняются 4-5 часов.

Содержание толуилендиамина в анализируемом объеме определяют по градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице 33.

Таблица 33

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор, мл	40% уксусная кислота, мл	Содержание вещества, мкг
I	0	2,0	0
2	0,05	I,95	0,5
3	0,I	I,9	I
4	0,2	I,8	2
5	0,3	I,7	3
6	0,5	I,5	5
7	0,7	I,3	7
8	I,0	I,0	I0

Шкалу стандартов обрабатывают аналогично пробам. При определении толуилендиамина в присутствии толуилендиизоцианата аммиачный раствор толуилендиамина переливают из поглотительного сосуда в пробирку. Промывают его 0,5 мл I% раствора аммиака и промывной жидкостью разбавляют смесь до 3 мл. Вносят 3 мл ледяной уксусной кислоты и I мл 5% раствора п-диметиламинобензальдегида в ледяной уксусной кислоте. Через I5 минут фотометрируют в кювете с толщиной слоя 2 см при длине волны 430–450 нм. Содержание толуилендиамина вычисляют по указанному выше графику.

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

$$X = \frac{Ч \cdot V_1}{V \cdot V_{10}}, \text{ где}$$

Ч – количество вещества, найденное в анализируемом объеме, мкг;

V – объем пробы, взятый для анализа, мл;

V_1 – общий объем пробы, мл;

V_{10} – объем аспирируемого воздуха (л), приведенный к стандартным условиям / 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

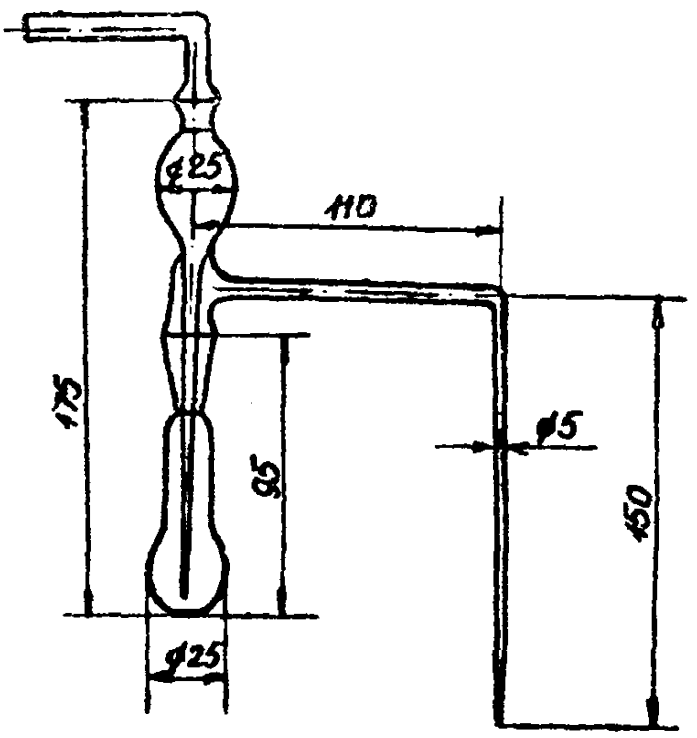


Рис. I Прибор для сожжения хлорорганических ядохимикатов

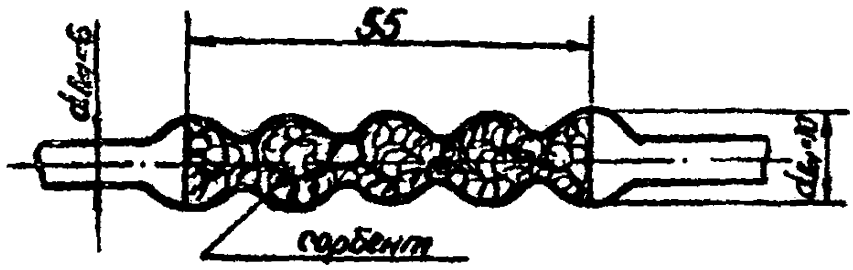


Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

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