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 1984 г.
№ 2595

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ РТУТЬОРГАНИЧЕСКИХ ЯДОХИМИКАТОВ: АГРОНАЛА, ГРАНОЗАНА, МЕРКУРАНА, МЕРКУРГЕКСАНА, НИУИФ-I, РАДОСАНА, ЭТИЛМЕРКУРХЛОРИДА И ЭТИЛМЕРКУРФОСФАТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ.

I. Характеристика метода.

Определение основано на разрушении ртутьорганических соединений спиртовым раствором иода и последующим определении иона ртути по жёлто-розовой окраске осадка комплексной ртутно-медноиодистой соли, которая образуется при взаимодействии растворов иодной ртути и солей меди в присутствии восстановителя.

Отбор проб производится с концентрированием в 0,08%-ный спиртовой раствор иода и на фильтр АФА-ХА-20.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 0,I мкг.

Предел измерения в воздухе 0,0025 мг/м^3 / при отборе 400 л воздуха на аэрозоль и I60 л - на пары /.

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе 0,0025 мг/м^3 - -0,025 мг/м^3.

Определению мешает ртуть и другие ртутьорганические соединения.

Граница суммарной погрешности определения ртутьорганических ядохимикатов в воздухе не превышает ± 25%. Предельно допустимая концентрация этилмеркурхлорида и этилмеркурфосфата / по содержанию ртути / в воздухе - 0,005 мг/м^3, меркурана -0,005 мг/м^3 , радосана, агронала, НИУИФ-I и меркургексана не установлены.

2. Реактивы, растворы и материалы.

Ртуть хлорная, ГОСТ 4519-48 ч.

Стандартный раствор № I, содержащий 100 мкг/мл ртути. Готовят растворением 0,0135 г хлорной ртути в мерной колбе, емкостью 100 мл в небольшом объеме 0,25% раствора иода в иодистом калии, им же доводят объем раствора до метки. Раствор устойчив 6 месяцев.

Стандартный раствор № 2, содержащий I мкг/мл ртути. Готовят соответствующим разбавлением поглотительным раствором стандартного раствора № I. Раствор устойчив 6 дней.

Иод кристаллический. ГОСТ 4159-64, возогнанный.

Калий иодистый, ГОСТ 4232-65.

Иод, 0,25% раствор / готовят в растворе 3% иодистого калия /.

Спирт этиловый, ректификат, ГОСТ 5962-67.

Поглотительный раствор, 0,08% спиртовой раствор иода.

Медь азотнокислая, окисная, ГОСТ 4163-68, 8% раствор.

Аммиак, ГОСТ 3760-64, 25% раствор.

Гидроксиламин солянокислый, ГОСТ 5456-65.

Кислота уксусная, ГОСТ 61-69, ледяная или 98%.

Оксиполимеридистиллят, ГОСТ 8433-57, ОП-10 или ОП-7, 3% водный раствор, фильтрованный.

Составной раствор. В колбу с притертой пробкой вносят

5 мл 8% раствора азотнокислой меди, 1,5 мл 25% раствора аммиака, 1 г солянокислого гидроксиламина и перемешивают до растворения. К обесцвеченному раствору приливают 15 мл 3% раствора ОП-10 или ОП-7, перемешивают и фильтруют. Раствор употребляют свежеприготовленный.

Фильтры АФА-ХА-20.

3. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство.

Поглотительные сосуды с пористой пластинкой.

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

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 и 500 мл.

Пробирки типа центрифужных.

Пробирки колориметрические из бесцветного стекла, высотой 12[illegible] мм и диаметром 15 мм.

4. Проведение измерений.

Условия отбора проб воздуха.

Воздух аспирируют параллельно на пары и аэрозоли. Аэрозоли отбирают на фильтры АФА-ХА-20 со скоростью 15 л/мин. Пары ртутьорганических соединений в 2 последовательно соединенных поглотительных сосуда, содержащих по 4 мл поглотительного раствора со скоростью 0,8- 1 л/мин. Поглотительные сосуды погружают в охлаждающую смесь / лед и соль / и периодически, если это необходимо, во время отбора пробы доливают испарившуюся жидкость до первоначального объема.

Для определения 1/2 ПДК необходимо отобрать 160 л воздуха в течение 160 мин. на содержание ртутьорганических соединений и 400 л воздуха в течение 30 мин. на содержание аэрозолей.

Подготовка и условия анализа.

Объем пробы доводят в поглотительном приборе до 4 мл поглотительным раствором. Для анализа берут I мл пробы из поглотительного прибора в колориметрическую пробирку. Фильтр переносят в маленький стаканчик. Внутреннюю часть аллонжа промывают 5 мл поглотительного раствора, сливая его в стаканчик с фильтром, чтобы жидкость полностью смачивала его. Через 20 минут жидкость фильтруют в мерный цилиндр. Фильтр промывают дважды 3-4 мл поглотительного раствора, отжимая фильтр стеклянной палочкой в тот же цилиндр, и доводят объем до I0 мл.

Для определения ртути берут I мл раствора в колориметрическую пробирку. Пробы анализируют раздельно. Полученные результаты суммируют.

Одновременно готовят шкалу стандартов согласно таблице 31.

Таблица 31

Шкала стандартов.

Номер стандарта	Стандартный раствор № 2, мл	Поглотительный раствор, мл	Содержание ртути, мкг
0	0	I,0	0
I	0,I	0,9	0,I
2	0,2	0,8	0,2
3	0,4	0,6	0,4
4	0,6	0,4	0,6
5	0,8	0,2	0,8
6	I,0	0	I,0

Во все пробирки проб и шкалы стандартов прибавляют по 0,2 мл уксусной кислоты, взбалтывают, далее доводят по 0,2

мл составного раствора, вновь взбалтывают и оставляют на 30-40 мин. до полного отделения взвеси.

Колориметрирование производят по осадкам на дне пробирок. Раствор над осадками при этом должен быть прозрачным.

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

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

G - количество ртути, 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 I / ;

K - коэффициент для пересчета ртути на соответствующее ртутьорганическое соединение / см. таблицу 32 /

Таблица 32

Коэффициенты для пересчета ртути на ртутьорганические соединения.

Название препарата	Коэффициент
Этилмеркурхлорид	I,32
Этилмеркурфосфат	I,30
Агронал / смесь фенилмеркурбромида и наполнителя /	I,78
Гранозан / смесь этилмеркурхлорида и талька /	I,32
Меркуран / смесь этилмеркурхлорида, гексахлорциклогексана и наполнителя/	I,32
Меркургексан / этилмеркурхлорид, гексахлорбензол, гептахлор/	I,32
НИУИФ-I / смесь этилмеркурфосфата и углекислого натрия/	I,30
Радосан / смесь метоксиэтилмеркурацетата и наполнителя /	I,59

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

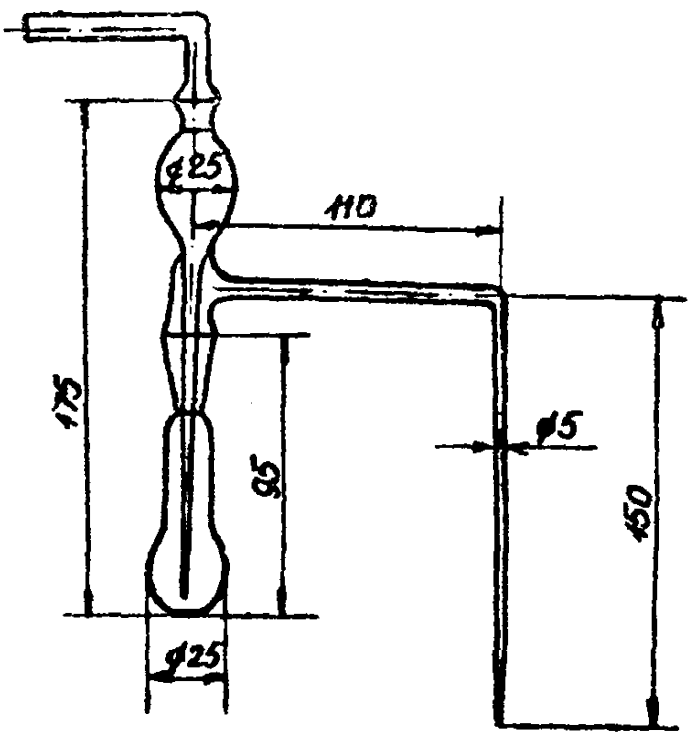

Рис. I Прибор для сожжения хлорорганических ядохимикатов

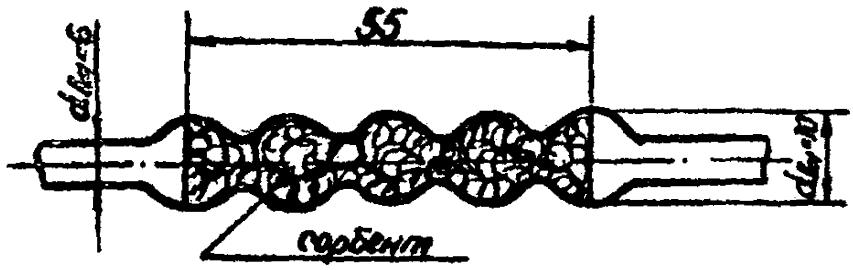

Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

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