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 врача СССР

_____ А.И.Заиченко

"12" июня 1982 г.

№ 2591

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ НИТРОФОРМА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

$CH(NO_2)_3$ М=151,04

## 1. Характеристика метода

Определение основано на образовании окрашенной гидрофобной соли при взаимодействии родамина С с анионом аци-формы нитроформа, экстракции соли толуолом и спектрофотометрическом измерении окраски толуольного раствора.

Отбор проб проводится с концентрированием нитроформа на силикагель.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,5 мкг.

Предел измерения в воздухе 0,1 мг/м$^3$ (при отборе 10 л).

Диапазон измеряемых концентраций нитроформа – 0,1–1,6 мг/м$^3$.

Определению не мешают окислы азота.

Граница суммарной погрешности измерения нитроформа не превышает ± 25%.

Предельно допустимая концентрация нитроформа в воздухе – 0,5 мг/м$^3$.

## 2. Реактивы и растворы

Нитроформ, перегнанный.

Основной раствор нитроформа. В мерную колбу, емкостью 25 мл, вносят 15 мл дистиллированной воды и взвешивают на аналитических

весах. Добавляют 2-3 капли нитроформа и взвешивают вторично. Содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. По разности между вторым и первым весом определяют навеску нитроформа и вычисляют содержание его в I мл раствора.

Стандартный раствор, содержащий I0 мкг/мл нитроформа. Готовят соответствующим разбавлением основного раствора дистиллированной водой.

Кислота соляная, ГОСТ 3II8-67, х.ч., пл. I,I9 и 20% раствор.

Толуол, ГОСТ 5789-69, ч.д.а.

Мочевина, ГОСТ 6691, ч.д.а., насыщенный раствор. I00 г. мочевины растворяют при нагревании в I00 мл дистиллированной воды и фильтруют.

Родамин С, ТУ РУ 856-53, 0,I% раствор в 20% растворе соляной кислоты.

Силикагель марки АСК (фракция 0,I-0,5 мм). Силикагель кипятят 2 часа с концентрированной соляной кислотой, отмывают водой до отрицательной реакции на ион хлора, сушат и активируют 2 часа при 400°С.

## 3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Спектрофотометр или фотоколориметр.

U - образные стеклянные трубки.

Колбы мерные, ГОСТ I770-74, емкостью 25 и 50 мл.

Пипетки, ГОСТ 2022-74, емкостью 1,2,5 и I0 мл.

Пробирки колориметрические с пришлифованной пробкой высотой I20 мм и внутренним диаметром I5 мм.

## 4. Проведение измерения

Воздух аспирируют со скоростью I л/мин через U-образную трубку с 2 г очищенного силикагеля.

Для определения 1/2 ПДК нитроформа достаточно отобрать 5 л воздуха в течение 5 мин.

### Условия анализа

Силикагель переносят в небольшой стакан и обрабатывают 2 раза по 5 мл дистиллированной водой. Промывные растворы сливают вместе. По 5 мл раствора вносят в колориметрические пробирки. Прибавляют по 0,2 мл 20% раствора соляной кислоты, 1 мл 0,1% раствора родамина С и 0,5 мл насыщенного раствора мочевины. После добавления каждого реактива растворы перемешивают. Затем добавляют 5 мл толуола, закрывают пробкой и взбалтывают. Толуольный раствор отделяют от водного и измеряют оптическую плотность окрашенных растворов на спектрофотометре при длине волны 540 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм.

Содержание нитроформа в анализируемом объеме раствора находят по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице 27.

Таблица 27

Шкала стандартов

| № стандарта | Стандартный раствор с содержанием 10 мкг/мл, мл | Дистиллированная вода, мл | Содержание нитроформа, мкг |
|---|---|---|---|
| I | 0 | 5 | 0 |
| 2 | 0,25 | 4,75 | 0,5 |
| 3 | 0,1 | 4,9 | I |
| 4 | 0,2 | 4,8 | 2 |
| 5 | 0,3 | 4,7 | 3 |
| 6 | 0,4 | 4,6 | 4 |
| 7 | 0,8 | 4,2 | 8 |

Пробирки шкалы стандартов обрабатывают аналогично пробам.

Концентрацию нитроформа в мг/м$^3$ воздуха /Х/ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{y \cdot v_1}{v \cdot v_{20}}$$ , где

$y$ - количество нитроформа, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

$v_1$ - общий объем пробы, мл;

$v$ - объем пробы, взятый для анализа;

$v_{20}$ - объем воздуха, л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение).

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

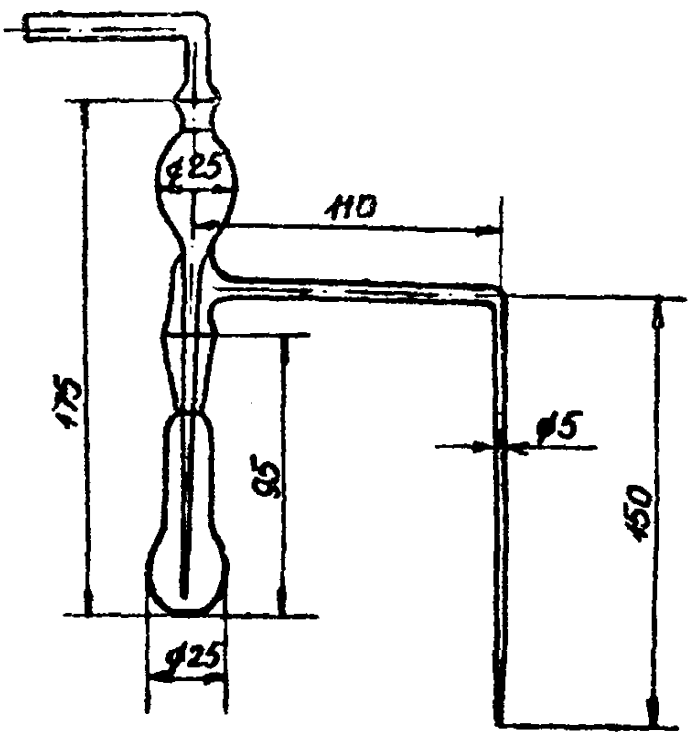


Рис. I Прибор для сожжения хлорорганических ядохимикатов

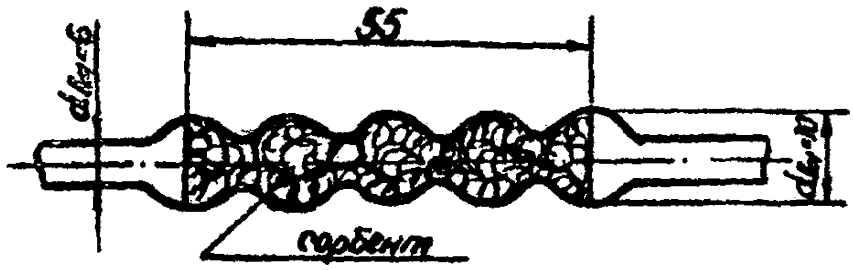


Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

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 | " - " |

# С О Д Е Р Ж А Н И Е

стр.

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аценафтена в воздухе . . . . . 3

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций ацетальдегида в воздухе . . . . . 7

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акрилонитрила в воздухе . . . . . 11

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акриловой и метакриловой кислот в воздухе . 15

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций акриловой и метакриловой кислот в воздухе . . . . . 20

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аллилового спирта в воздухе . . . . . 24

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций первичных алифатических аминов в воздухе . . 28

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 2-амино-1,3,5-триметилбензола в воздухе . . 33

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-анизидина в воздухе . . . . . 36

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций бериллия в воздухе . . . . . 40

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилтолуола в воздухе . . . . . 45

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дихлорэтана в воздухе . . . . . 49

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диоксана в воздухе . . . . . 53

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дикумилметана в воздухе . . . . . 58

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диметилового эфира терефталевой кислоты в воздухе . . . . . 62

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций динитрила адипиновой кислоты в воздухе . . . . 66

Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3,4-дихлорпропионанилид в воздухе . . . . . 71

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций изопрена в воздухе . . . . . 75

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций суммы карбонилов кобальта и продуктов их разложения в воздухе . . . . . 80

Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций карбазола в воздухе . . . . . 84

Методические указания по фотометрическому измерению концентрации коллидина . . . . . 88

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций карбина, тиодана, атразина и хлоразина в воздухе . . . . . 91

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций кротонового альдегида в воздухе . . . . . 100

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций малеинового ангидрида в воздухе . . . . . 105

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций окиси мезитила в воздухе . . . . . 109

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 1- и 2-метилнафталинов в воздухе . . . . . 113

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилнафталина и нафталина в воздухе . 117

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нафталина в воздухе . . . . . 121

Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций нафталина в воздухе . . . . . 125

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нитроформа в воздухе . . . . . 129

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций пентахлорацетона и гексахлорацетона . . . . . 133

gost.e-ecolog.ru