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.

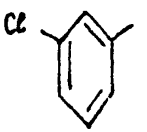
Настоящие Методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле и имеют ту же юридическую силу, что и Технические условия.

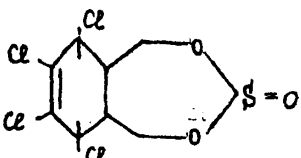
Методические указания подготовлены сотрудниками лабораторий санитарно-химических методов исследования Института гигиены труда и профессиональных заболеваний АМН СССР.

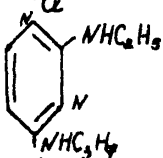
Редакционная коллегия: М.Д.Бабина, С.И.Муравьева, Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

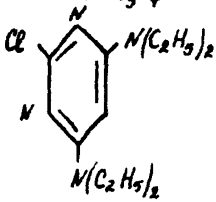
Утверждаю
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР
_____ А.И.Заиченко
"12" _____ 1982г.
№ 2583

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ КАРБИНА, ТИОДАНА, АТРАЗИНА И ХЛОРАЗИНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ.

Карбин  М= 222,66

Тиодан  М= 406,93

Атразин  М= 215,69

Хлоразин  М= 257,77

I. Характеристика метода

Метод основан на разрушении препарата карбина и тиодана смесью серной кислоты с бихроматом калия при 140°С, атразина и хлоразина смесью фосфорной кислоты и бихромата калия при 160-180°. Образовавшийся в процессе сожжения свободный хлор поглощается смесью растворов иодистого калия /или иодистого кадмия/ с крахмалом, в результате чего выделяется эквивалентное количество иода. Выделившийся иод определяют колориметрическим или титрометрическим методом.

Отбор проб проводится с концентрированием на стеклянную вату и в ацетон.

Предел измерения по хлору в анализируемом объеме пробы - 0,1 мкг.

Предел измерения карбина и тиодана в воздухе - 0,02 мг/м^3 /при отборе 5 л/, атразина - 0,003 мг/м^3 /при отборе 30 л/ и хлоразина - 0,05 мг/м^3 /при отборе 2 л/.

Диапазон измеряемых концентраций карбина и тиодана в воздухе - 0,02-2,0 мг/м^3, атразина - 0,003-0,3 мг/м^3, хлоразина - 0,05-5,0 мг/м^3.

Сернистый ангидрид, хлориды и другие хлорорганические соединения мешают определению.

Граница суммарной погрешности измерения карбина, тиодана, атразина и хлоразина в воздухе не превышает $\pm$25%.

Предельно допустимая концентрация карбина в воздухе - 0,5 мг/м^3, тиодана - 0,1 мг/м^3, атразина и хлоразина - 2 мг/м^3.

2. Реактивы и растворы

Стандартный раствор иода, соответствующий 10 мкг/мл хлора, готовят из 0,01 н. раствора иода. Для этого 2,82 мл точно 0,01 н. раствора иода вносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят дистиллированной водой до метки. Раствор употребляют свежеприготовленный. Титр 0,01 н. раствора иода проверяют перед анализом.

Калий двухромовокислый, ГОСТ 4220-68 перекристаллизованный и высушенный при 130 °С в течение 3-х часов.

Кислота серная, ГОСТ 4207-77, плотность 1,84.

Кислота фосфорная, ГОСТ 6552-66, плотность 1,68.

Кислота азотная ГОСТ 4461-67, плотность 1,37.

Крахмал растворимый ГОСТ ГОМИ 27-1863, 1%-ный раствор.

Серебро азотнокислое ГОСТ 1277-75, 1%-ный раствор.

Калий йодистый ГОСТ 8421-57, 2,5%-ный раствор.

Можно применять раствор йодистого калия, однако раствор йодистого калия более устойчив по отношению к свету и кислороду воздуха и более избирателен к хлору.

Поглотительный раствор для хлора. Готовят следующим образом: 100 мл 2,5%-ного раствора йодистого калия смешивают с 50 мл 1%-ного раствора крахмала и кипятят 2-3мин. После охлаждения раствор разбавляют водой до 500 мл и перемешивают. Хранят в темном месте в сосуде с притертой пробкой. Пригоден к работе в течение 6 месяцев.

Натрий серноватистокислый, ГОСТ 4215-66, 0,002 н. раствор.

Иод кристаллический, ГОСТ 4159-64, 0,01 н.раствор.

Эфир этиловый, ГОСТ 6265-52, перегнанный, не содержащий хлоридов.

Ацетон; ГОСТ 2603-74, перегнанный, не содержащий хлоридов.

Вата стеклянная, обработанная концентрированной серной кислотой, затем промытая водой до нейтральной реакции и высушенная при 100–110 °С.

Аскарит, ТУ-ХЧ 2055-49, отсеянный от мелких частиц.

Едкий натр, ГОСТ 4328-66.

Натронная известь, гранулированная ГОСТ 4455-48.

Окислительная смесь для карбина и тиодана. В сухую колбу вместимостью 200 мл вносят 25г двухромовокислого калия и 100 мл концентрированной серной кислоты. Тщательно перемешивают стеклянной палочкой и нагревают на парафиновой бане в течение 1 часа при 125–130°С. В процессе нагревания через смесь при помощи стеклянной трубки, доходящей до дна колбы, пропускают очищенный воздух со скоростью 50–60 мл/мин. Нагревание окислительной смеси необходимо для удаления присутствующей в реактивах примеси хлорида. Окислительную смесь хранят в банке с притертой пробкой. Срок годности окислительной смеси 6 месяцев. Проверку окислительной смеси на присутствие хлоридов производят в пробирке для сожжения хлорорганических ядохимикатов. Для этого 4 мл приготовленной смеси наливают в колбочку прибора. Затем производят все операции, которые описаны при определении исследуемых веществ. В случае обнаружения хлоридов в смеси необходимо повторить операцию их удаления.

Окислительная смесь для атразина и хлоразина. В сухую колбу вместимостью 200 мл вносят 25 г двухромовокислого калия растертого в тонкий порошок, 100 мл концентрированной фосфорной кислоты. Тщательно перемешивают стеклянной палочкой и нагревают на парафиновой бане в течение часа при 160°С. В процессе нагревания через смесь при помощи стеклянной трубки, доходящей до дна колбы, пропускают очищенный воздух со скоростью 50–60

мл/мин для удаления хлоридов. Затем проводят проверку смеси на присутствие хлоридов, как описано выше.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Фотоэлектроколориметр.

Прибор для разрушения хлорорганических пестицидов (рис,I).

Аллонжи стеклянные, гофрированные (рис.2).

Воронки с пористой пластинкой № I.

Поглотительные сосуды Зайцева.

Поглотительные сосуды с пористой пластинкой №I.

Пробирки обыкновенные, круглодонные ГОСТ I05I5 -75.

Пробирки колориметрические из бесцветного стекла, высотой I20 мм и внутренним диаметром I5 мм, ГОСТ I05I5-75.

Пипетки, ГОСТ 20292-74 вместимостью I,2,5 и I0 мл с делениями на 0,0I, 0,05, 0,I мл.

Микробюретка, ГОСТ 20292 -74, вместимостью I мл с делениями на 0,0Iмл.

Колбы мерные, ГОСТ I770 -74,вместимостью I00мл.

Колбы конические, ТУ I0394-72,вместимостью 200 и 50 мл.

Воронки химические диаметром 30-70мм, ГОСТ 86I3-75.

Цилиндры мерные, ГОСТ I770-74, вместимостью 500 мл.

Очистительная система, состоящая из склянки Тищенко вместимостью 200 мл и поглотительной колонки вместимостью 300-500 мл (рис.3).

Склянку Тищенко на I/3 заполняют концентрированной серной кислотой. Колонку на 2/3 заполняют аскаритом или гранулированной натронной известью и на I/3 гигроскопической ватой, чтобы задержать аскарит или известь, которые могут быть извлечены из колонки током воздуха. На дне колонки помещают тонкий слой ваты. Склянку Тищенко и колонку соединяют между собой резиновыми трубками встык. Другой отвод склянки

Тищенко при помощи резиновой трубки присоединяют к бутыли аспиратора. К колонке присоединяют резиновую трубку с винтовым зажимом для регулирования тока воздуха.

Перчатки резиновые.

Термометры на 100- 200°, ГОСТ 2823-59.

Баня водяная.

Баня парафиновая.

Прибор для отгонки растворителей.

Плитка электрическая.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух, содержащий карбин, тиодан, протягивают со скоростью 0,5 -I л/мин. через гофрированный стеклянный аллонж (или воронку с пористым фильтром),к которому последовательно присоединяют поглотительный сосуд с пористой пластинкой, содержащий 5 мл ацетона.

Поглотители во время отбора охлаждают льдом. Воздух, после очисткой на содержание атразина, протягивают через гофрированный стеклянный аллонж, заполненный 2 г стеклянной ваты "шерсть" со скоростью 5 л/мин, при определении хлоразина- через аллонж с 2 г стеклянной ваты, последовательно соединенный с 2 поглотительными сосудами Зайцева, содержащими по 5 мл ацетона, со скоростью 0,2 л/мин.

Для обнаружения I/2 ПДК карбина и тиодана необходимо отобрать 4 л воздуха в течение 4 минут, для атразина -15 л в течение 3 минут и хлоразина -I л воздуха в течение 5 мин.

Условия анализа

При анализе проб на содержание карбина, тиодана и хлоразина ацетон из поглотителей сливают в колбу для отгонки хлорорганических пестицидов и упаривают (или отгоняют ра-

творитель) на водяной бане досуха. К сухому остатку в эту же колбу помещают стеклянную вату из аллонжа и наливают 4 мл окислительной смеси для карбина и тиодана или 8- 10 мл для хлоразина. При определении атразина стеклянную вату из аллонжа переносят в колбу для сжигания и заливают 8-10 мл окислительной смеси для атразина. Воронку прибора закрывают пришлифованной пробкой с отводной трубкой, соединенной с очистительной системой. Прибор помещают в нагретую до 60 парафиновую баню. Отводную трубку прибора помещают в пробирку-приемник с 5 мл поглотительного прибора для хлора. Нижний конец отводной трубки должен находиться от дна пробирки не более 3 мм. Нагревают парафиновую баню до 140° при анализе карбина и тиодена, 160-170° -при анализе хлоразина и 160 -180° - при анализе атразина. При анализе карбина и тиодана процесс сжигания препаратов длится 10-15 мин, атразина и хлоразина - 15-20 мин. Конец реакции определяют по прекращению выделения иода, когда поглотительный раствор остается бесцветным. Выделившийся иод определяют путем измерения оптической плотности растворов на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной слоя 10 мм с применением зеленого светофильтра.

Содержание пестицида в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице 21. . Если интенсивность окраски растворов превышает интенсивность окраски растворов последнего стандарта, то пробы следует разбавить поглотительным раствором, но не более, чем в два раза. Если же нужно провести большее разбавление, то анализ следует проводить титрометрическим методом (см. прилечание).

Таблица 21

Шкала стандартов для определения пестицидов.

Номер стандарта	Стандартный раствор иода, мл	Поглотительный раствор для хлора, мл	Содержание хлора, мкг
I	0	5	0
2	0,05	4,95	0,5
3	0,I	4,9	I,0
4	0,2	4,8	2,0
5	0,4	4,6	4,0
6	0,6	4,4	6,0
7	0,8	4,2	8,0
8	I,0	4,0	I0,0

Концентрацию пестицида в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

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

где G – количество хлора, 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).

Примечание: При содержании иода более 0,05 мг в пробе его определяют титрометрическим методом следующим образом. Поглотительный раствор всех приемных пробирок сливают вместе в коническую колбу и титруют 0,002 н. раствором тиосульфата натрия до обесцвечивания жидкости. Для титрования применяют микробюретку.

Концентрацию пестицида в мг/м воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{K \cdot 71 \cdot V_1}{V_{20}}$$

где: V_1 – объем точно 0,002 н. раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование пробы, мл.

V_{20} – объем воздуха в л, отобранный для анализа и приведенный к условиям: температуре +20 С и давлению 760 мм рт.ст.

71 – количество мкг хлора, соответствующее 1мл точно

0,002 н. раствора тиосульфата натрия,

К – коэффициент для пересчета хлора на исследуемый пестицид. Коэффициент пересчета на карбин – 3,64; на тиодан – 1,91; на атразин –6,0; на хлоразин –7,2.

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

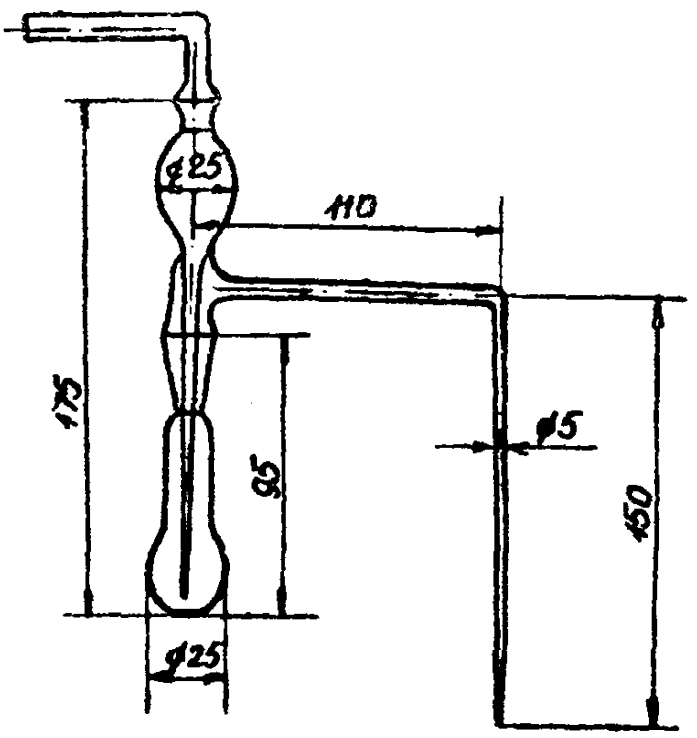


Рис. I Прибор для сожжения хлорорганических ядохимикатов

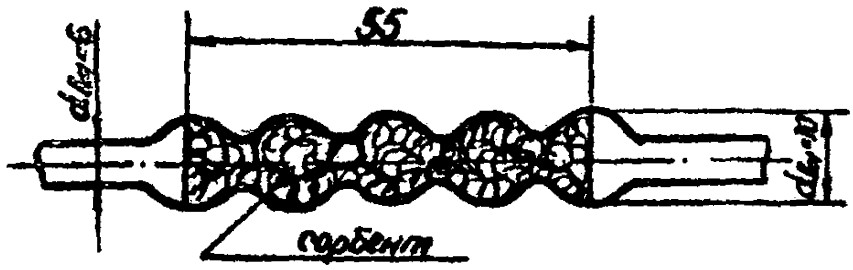


Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

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