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.Заченко
"12" июня 1980г.
№ 2542

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ДИНИТРИЛА АДИПИНОВОЙ КИСЛОТЫ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

$NC(CH_2)_4CN$ M=108,0

I. Характеристика метода

Определение основано на гидролитическом расщеплении динитрила адипиновой кислоты до аммиака и определении последнего с реактивом Несслера.

Отбор проб проводится с концентрированием в воду.

Предел измерения динитрила адипиновой кислоты в анализируемом объеме пробы - 3 мкг.

Предел измерения динитрила адипиновой кислоты в воздухе - 3 мг/м^3 (при отборе 3 л).

Диапазон измеряемых концентраций динитрила адипиновой кислоты в воздухе 3-90 мг/м^3.

Определению мешают гексаметилендиамин и аммиак, влияние их устраняют в процессе определения динитрила адипиновой кислоты.

Граница суммарной погрешности измерения динитрила адипиновой кислоты в воздухе не превышает ±15%.

Предельно допустимая концентрация динитрила адипиновой кислоты в воздухе - 20 мг/м^3.

2. Реактивы и растворы

Динитрил адипиновой кислоты, МРТУ 6-09-4934-68, ч.

Основной раствор динитрила адипиновой кислоты. В мерную колбу емкостью 100 мл, вносят 7-10 мл бидистиллированной воды, взвешивают на аналитических весах, добавляют 0,1 мл динитрила адипиновой кислоты и вновь взвешивают. Смесь разбавляют 25 мл горячей воды. После растворения вещества, раствор охлаждают и доводят водой до метки. Рассчитывают содержание вещества в 1 мл раствора. Раствор сохраняется более месяца.

Стандартный раствор с содержанием 30 мкг/мл динитрила адипиновой кислоты. Готовят соответствующим разбавлением основного раствора бидистиллированной водой в день анализа.

Калий иодистый, ГОСТ 4232-65, ч.

Ртуть иодистая, МРТУ 6-09-518-63, ч.

Натр едкий, ГОСТ 4328-66, 20% раствор.

Кали едкое, ГОСТ 4203-65.

Кислота серная, ГОСТ 4204-66.

Реактив Несслера, МРТУ 6-09-468-63, чда.

При отсутствии продажного реактива, его готовят следующим образом. 15 г иодистого калия растворяют в 150 мл воды, прибавляют 21 г хорошо растертой иодистой ртути. Затем прибавляют 45 г едкого кали, растворенного в 90 мл воды и доводят водой до объема 300 мл. Реактив оставляют на 1-2 дня, после чего раствор осторожно сливают с выпавшего осадка в склянку, из темного стекла. Реактив почти бесцветен или слабо окрашен в желтый цвет.

Катионит КУ-2 ТУ. Катионит предварительно очищают от примесей (в основном солей железа). Для этого его обрабатывают 30-кратным количеством (по объему) 1 н. раствором соляной кислоты до отрицательной реакции на ион железа с последующим промыванием дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора. Затем катионит помещают в стакан, заливают водой и оставляют на

сутки для набухания. Для работы применяют катионит только в насухшем состоянии.

Бидистиллированная вода, не содержащая иона аммония. Для этого предварительно на каждый литр дистиллированной воды добавляют по 5 мл 10% серной кислоты и перегоняют.

Все реактивы готовят в бидистиллированной воде.

3. Приборы и посуда

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр

Аспирационное устройство

Поглотительные сосуды с пористой стеклянной пластинкой

Воронки со стеклянным пористым фильтром

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

Пробирки с приплифованными воздушными холодильниками. Длина воздушного холодильника 350 мм, диаметр – 6 мм

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью 1, 2, 5 и 10 мл

Баня водяная.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух аспирируют со скоростью 0,3 л/мин через два последовательно соединенных поглотительных сосуда с пористой пластинкой, содержащих по 4 мл бидистиллированной воды. Для определения 1/2 ПДК необходимо отобрать 2 л воздуха в течение 7 мин.

Условия анализа

Исследуемые растворы сливают вместе и помещают в сосуд, содержащий 100–200 мг набухшего катионита. При этом примеси аммиака и гексаметилендиамина поглощаются катионитом. Содержимое сосуда тщательно перемешивают в течение 40 мин и сливают через пористый фильтр в пробирки с приплифованными воздушными холодильниками.

Катионит затем дважды промывают по 2 мл дистиллированной воды. Промывные воды сливают вместе с фильтратом, добавляют 3,2 мл 20% раствора едкого натра. Пробирки погружают в кипящую водяную баню на 20 мин, затем охлаждают. Для анализа берут 4 мл раствора, прибавляют 0,5 мл реактива Несслера и через 5 мин измеряют оптическую плотность окрашенных в желто-бурый цвет растворов при длине волны 436 мк в кювете 20 мм.

Содержание диметилового эфира щавелевой кислоты в анализируемом объеме раствора определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения графика готовят шкалу стандартов, согласно таблице I6.

Шкалу стандартов обрабатывают аналогично пробам.

Таблица I6

Шкала стандартов

Номер стандартов	Стандартный раствор, содержащий 30 мкг/мл, мл	Дистиллированная вода, мл.	Содержание диметилового эфира щавелевой кислоты, мкг.
I	0	4,0	0
2	0,I	3,9	3
3	0,2	3,8	6
4	0,3	3,7	9
5	0,5	3,5	I5
6	I,0	3,0	30
7	I,5	2,5	45
8	2,0	2,0	60
9	3,0	I,0	90

Концентрацию динитрила адипиновой кислоты в воздухе в мг/м^3 /X/ вычисляют по формуле:

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

G – количество динитрила адипиновой кислоты, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V – общий объем пробы, мл;

V_1 – объем пробы, взятой для анализа, 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

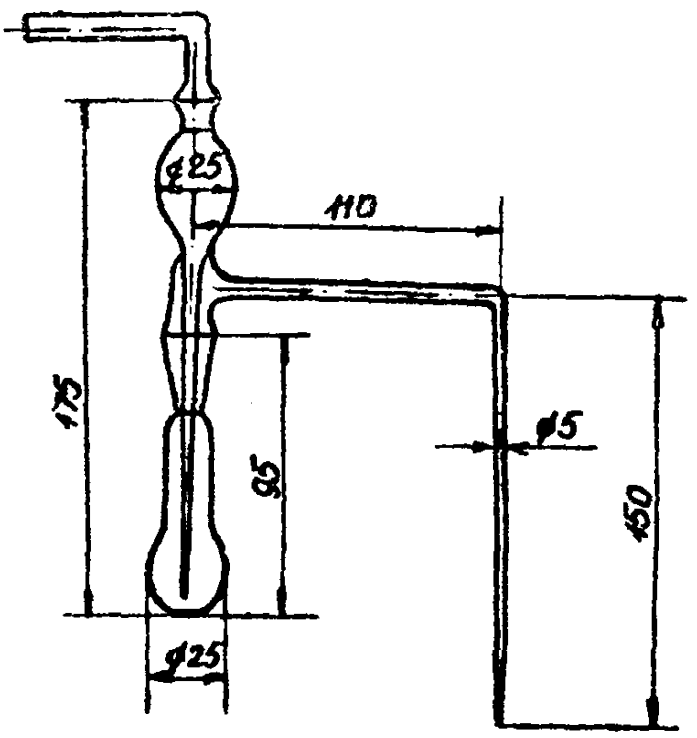

Рис. I Прибор для сожжения хлорорганических ядохимикатов

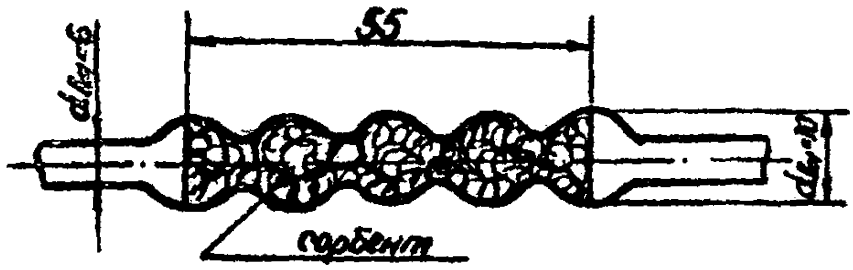

Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

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	" - "

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