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.Н. Заиченко
"12" июля 1982 г.
№ 2574

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ДИОКСАНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ.

$(CH_2)_4O_2$ М-86,II

I. Характеристика метода.

Определение основано на окислении диоксана иодной кислотой до формальдегида, который определяют по реакции с хромотроповой кислотой. Отбор проб производится с концентрированием в сернокислый раствор периодата калия.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы 5 мкг.

Предел измерения диоксана в воздухе I,5 мг/м^3 / при отборе 3 л /.

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе I,5 мг/м^3 - 24,0 мг/м^3.

Определению мешают другие органические соединения, окисляющиеся в этих условиях.

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

Предельно допустимая концентрация в воздухе I0 мг/м^3.

2. Реактивы и растворы.

Диоксан ГОСТ 10455-63, ч.д.а., перегнанный.

Основной раствор диоксана. В мерную колбу емкостью 25 мл наливают 10 мл воды, взвешивают, добавляют 1-2 капли диоксана и вновь взвешивают. Объем раствора доводят до метки водой и рассчитывают содержание диоксана в 1 мл.

Стандартный раствор № 1 с содержанием 0,2 мг/мл и № 2 с содержанием 0,1 мг/мл готовят соответствующим разбавлением основного раствора. Растворы устойчивы в течение 2-х суток.

Кислота серная, ГОСТ 4204-77, ч.д.а. удельный вес 1,84 и 10% раствор.

Периодат калия, МРТУ-6-09-6598-70, ч.д.а., 0,06%-ный свежеприготовленный раствор.

Поглотительный раствор, свежеприготовленный. К 5 мл воды добавляют 20 мл раствора периодата.

Сульфит натрия, ГОСТ 1952-66, 2% раствор, готовят перед употреблением.

Хромотроповая кислота или ее динатриевая соль, ТУ-06-09-3749-74. 0,15 г реактива растворяют в 5 мл 10% -ой серной кислоты, затем добавляют 125 мл серной кислоты с удельным весом 1,84. Раствор годен к употреблению в течение 3-х суток.

Силикагель крупнопористый, марки КСК размер зерен 0,25-0,5 мм. Измельченный силикагель просеивают через сита с диаметром отверстий 0,25-0,5 мм, переносят в колбу или стакан, заливают горячим 6 Н раствором соляной кислоты и кипятят в течение часа. Затем, энергично перемешивая силикагель, промывают декантацией теплой водой до отрицательной реакции на ион хлора и сушат при 100°С. Высушенный силикагель прокаливают в течение 2 часов при 750°С. Немного охлажденный силикагель насыпают

в склянку с притертой пробкой или в ампулу.

3. Приборы и посуда.

Спектрофотометр или фотоколориметр

Аспирационное устройство

Поглотительные сосуды Зайцева

Поглотительные сосуды с пористой пластинкой.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 и 50 мл.

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

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

Стеклянные трубки, длиной 25-30 см, внутренним диаметром 3-4 мм.

4. Проведение измерения.

Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 0,1-0,15 л/мин. аспирируют через поглотительный сосуд Зайцева, содержащий 5 мл поглотительного раствора. При очень малых количествах диоксана отбор проб производят аспирированием воздуха со скоростью 4 л/мин. через поглотительный сосуд, содержащий 2 мл силикагеля.

Для определения 1/2 ПДК диоксана достаточно отобрать 1 л воздуха в течение 7 минут.

Условия анализа.

К отводным трубкам поглотительного сосуда присоединяют стеклянные трубки длиной 25-30 см и сосуд опускают в стакан с теплым слегка расплавленным парафином, постепенно нагреваемым до 150°С. При этой температуре пробу выдерживают в течение 10 минут. При отборе пробы на силикагель, последний пересыпают в пробирку с притертой пробкой, заливают 2,5 мл поглотительного раствора и также нагревают на парафиновой бане. После

охлаждения содержимое поглотительных сосудов осторожно разбавляют 7,5 мл воды. Из этого раствора отбирают 3 мл в колориметрическую пробирку, добавляют по каплям раствор сульфита натрия до прекращения выделения йода, вносят I,5 мл раствора хромотроповой кислоты, перемешивают и опускают на 30 минут в кипящую водяную баню. После охлаждения фотометрируют при длине волны 536 нм, в кювете с толщиной слоя I0 мм.

Содержание диоксана в анализируемом объеме раствора определяют по предварительно построенному градуировочному графику.

Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице I3.

Таблица I3

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор № 2, мл	Стандартный раствор № I, мл	Дистиллированная вода, мл	Периодат калия, мл	Содержание диоксана, мкг
I	0		0,5	2	0
2	0,05		0,45	2	5
3	0,I		0,4	2	I0
4	0,2		0,3	2	20
5	0,3		0,2	2	30
6	0,4		0,I	2	40
7		0,3	0,2	2	60
8		0,4	0,I	2	80

После добавления периодата калия пробирки помещают на I0 минут в парафиновую баню при температуре I50 °С. Далее шкалу стандартов обрабатывают аналогично пробам.

Концентрацию диоксана в мг/м³ воздуха (X) вычисляют по

формуле:

$$X = \frac{\mathcal{Y} \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

$\mathcal{Y}$ – количество диоксана, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг

V_1 – общий объем пробы, мл

V – объем пробы, взятый для анализа, мл

V_{20} – объем воздуха (л), отобранный 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

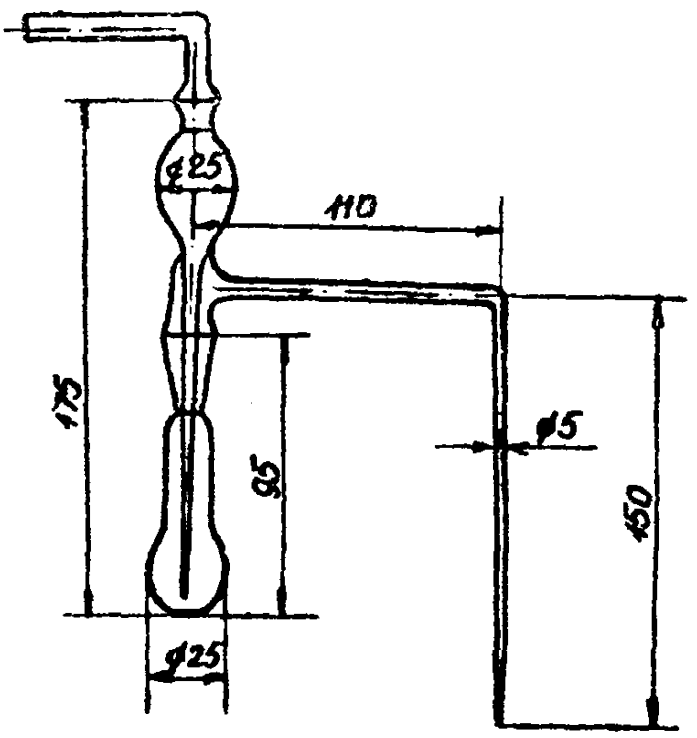

Рис. I Прибор для сожжения хлорорганических ядохимикатов

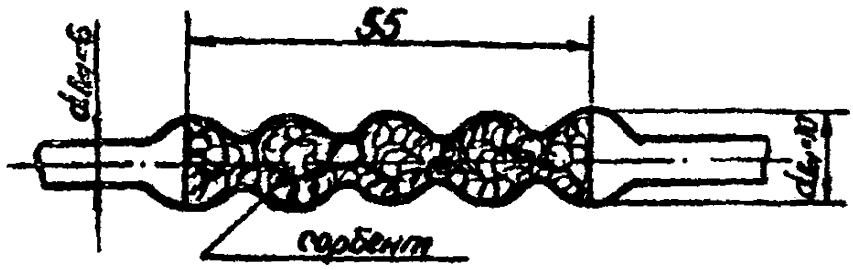

Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

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