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 1981г.
№ 2241

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ БЕРИЛЛИЯ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Be А.м.9,01

I. Характеристика метода

Определение основано на взаимодействии иона бериллия с фосфоназо Р в растворе с pH 9,4 с образованием окрашенного в желто-розовый цвет соединения.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтры.

Предел измерения бериллия в анализируемом объеме пробы-0,1мкг

Предел измерения бериллия в воздухе - 0,0005 мг/м^3 (при отборе 400 л).

Диапазон измеряемых концентраций бериллия в воздухе - 0,0005-0,01 мг/м^3.

Определению не мешают: железо в концентрации до 0,5мг/м^3, марганец, цинк, медь - до 1 мг/м^3, алюминий, кальций, магний - до 1,5 мг/м^3, молибден - до 2,5 мг/м^3, никель, кобальт - до 5 мг/м^3, кремний и титан - до 0,1 мг/м^3.

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

Предельно допустимая концентрация бериллия в воздухе - 0,001 мг/м^3.

2. Реактивы и растворы

Бериллий сернокислый ($BeSO_4 \cdot 4H_2O$), МРТУ-6-09-2156-65, ч.д.а.

Основной раствор бериллия с содержанием 100 мкг/мл. Готовят растворением 0,1966 г сульфата бериллия в 100 мл 5% раствора соляной кислоты.

Стандартные растворы № 1 и № 2 с содержанием бериллия 10 мкг/мл и 1 мкг/мл. Готовят соответствующим разбавлением основного раствора 5% раствором соляной кислоты. Стандартные растворы устойчивы в течение длительного времени.

Сафранин Р, МРТУ-6-09-5272-68 - 0,1% раствор.

Триэтаноламин, СТУ 12-10-113-61, разбавленный дистиллированной водой 1:3.

Трилон Б (двунатриевая соль этилендиамин тетрауксусной кислоты), ГОСТ 10652-63, 5% раствор.

Кислота серная, ГОСТ 4204-66, разбавленная 1:1.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-67, 5% раствор.

Кислота борная, ГОСТ 9656-61.

Натр едкий, ГОСТ 4328-66, 10% раствор и 1н. раствор.

Тимолфталеин, МРТУ-6-09-2724-65, 0,05% раствор в этиловом спирте.

Спирт этиловый, ректификат, ГОСТ 5962-67.

Буферный раствор с pH 9,4. Готовят растворением 12,4г борной кислоты в 130 мл 1н раствора едкого натра с последующим доведением до 1л дистиллированной водой.

Калий фтористый, кислый (калий бифторид), ГОСТ 10067-62.

Фильтры АФА-ВП-10.

3. Приборы и посуда

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Пробирки колориметрические, плоскодонные из бесцветного

стекла, высотой 120 мм и внутренним диаметром 15 мм.

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

Стаканы химические, емкостью 50-100 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50,100,500,1000 мл.

Печь муфельная.

Баня песчаная

Тигли или чашки платиновые.

Щипцы тигельные (с платиновыми наконечниками).

4.Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха.

Воздух аспирируют со скоростью 15 л/мин через фильтр АФА-ВП-10, помещенный в фильтродержатель.

Для определения 1/2 ПДК необходимо отобрать 400 л воздуха в течение 27 минут.

Условия анализа

Фильтр с отобранной пробой переносят в стакан и обрабатывают 2 раза по 3 мл 5% раствором соляной кислоты. Затем фильтр отжимают при помощи стеклянной палочки и 3 мл полученного раствора помещают в колориметрическую пробирку. При анализе прокаленной окиси бериллия и во всех случаях, когда бериллий находится в связанном состоянии (пыль руды, люминофоры и др.) для перевеления бериллия в растворимое состояние пробу сплавляют с бифторидом калия. Для этого фильтр переносят в платиновую чашку или тигель, озоляют, добавляют 0,5г бифторида калия и сплавляют в муфельной печи при температуре 800-900^{0} до получения прозрачного плава. По охлаждении приливают в чашку 2 мл серной кислоты 1:1 и нагревают на песчаной бане до прекращения выделения серного ангидрида. Остаток растворяют в 6мл 5% раствора соляной кислоты. Для анализа берут по 3 мл раствора, добавляют по 0,5 мл 5% раствора трилона Б и 0,2 мл триэтаноламина (1:3). После каждого внесения реактива содержимое пробирок взбалтывают. Затем добавляют

по I капле 0,05% спиртного раствора тимолфталеина и нейтрализуют 10% раствором едкого натра до появления синей окраски раствора и сразу же по каплям добавляют 5% раствор соляной кислоты до обесцвечивания раствора. Далее прибавляют по 0,I мл 0,1% раствора фосфоназо Р, по 2 мл буферной смеси и тщательно перемешивают. При наличии бериллия растворы приобретают розово-желтый цвет. Контрольный раствор, не содержащий бериллий, окрашен в розовый цвет. Через 10 минут измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 520 нм в кюветах с толщиной слоя 10мм. При этом замеры делают в следующем порядке: вначале помещают кювету с раствором комплекса бериллия и подводят стрелку миллиамперметра к нулю, а затем измеряют оптическую плотность контрольного раствора, как более окрашенного. Полученная величина оптической плотности характеризует содержание бериллия в исследуемой пробе.

Содержание бериллия в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице 10.

Таблица 10

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор №2, мл	Соляная кислота, 5%раствор, мл	Содержание бериллия, мкг.
I	0	3	0
2	0,I	2,9	0,I
3	0,2	2,8	0,2
4	0,4	2,6	0,4
5	0,6	2,4	0,6
6	0,8	2,2	0,8
7	I,0	2,0	I,0
8	I,5	I,5	I,5
9	2,0	I,0	2,0

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам. Шкала стандартов устойчива в течение рабочего дня.

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

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

G – количество бериллия, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V – объем пробы, взятый для анализа, мл;

V_1 – общий объем пробы, 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

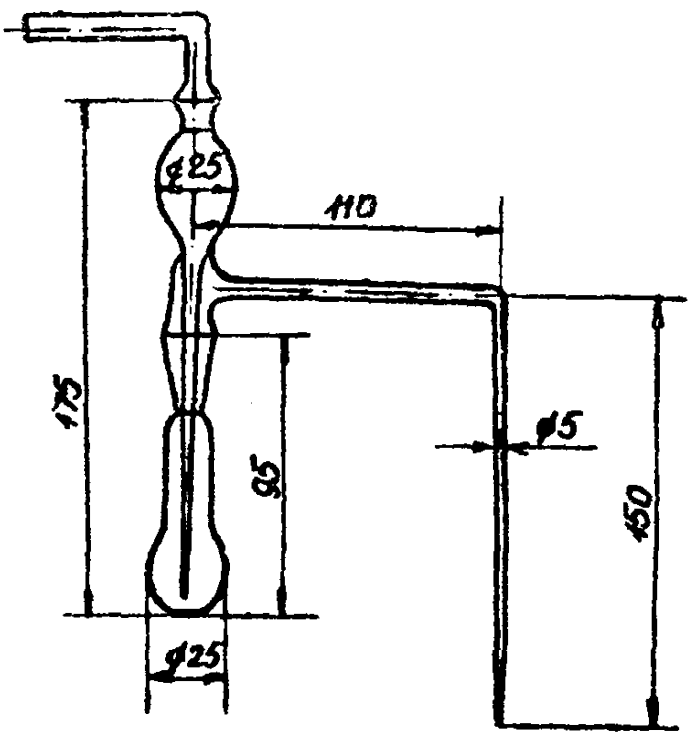

Рис. I Прибор для сожжения хлорорганических ядохимикатов

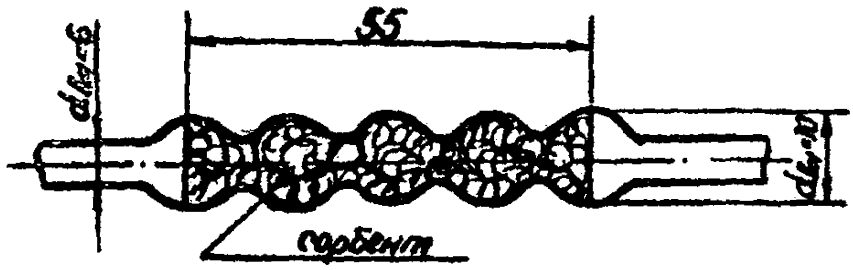

Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

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