МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XIX

Москва, 1984 г.

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Москва, 1983 г.

Сборник методических указаний составлен методической секцией по промышленно-санитарной химии при проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии".

Настоящие методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле.

Выпуск XIX

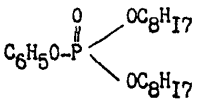
Редакционная коллегия: Кузьминых А.И., Македонская Р.Н., Овечкин В.Г.

Л-79263 от 28.10.83г. Зак. 1943 Тир. 1000

Типография Министерства Здравоохранения СССР.

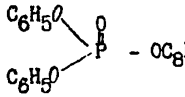
УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР
_____ А.И.ЗАИЧЕНКО
"06" сентября 1983 г.
№ 2883-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ДИ(2-ЭТИЛГЕКСИЛ)-ФЕНИЛФОСФАТА И ДИФЕНИЛ(2-ЭТИЛГЕКСИЛ)ФОСФАТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



M = 398,53

Ди(2-этилгексил)фенилфосфат - прозрачная, вязкая, маслянистая жидкость с плотностью 0,961-0,996. В воде нерастворим, хорошо растворяется в спирте, эфире и других органических растворителях. Температура вспышки 190-203°С.



M = 330,41

Дифенил(2-этилгексил)фосфат - почти бесцветная вязкая жидкость с плотностью 1,09-1,17. В воде нерастворим, хорошо растворяется в органических растворителях. Температура вспышки 200°С.

I. Характеристика метода

Определение основано на гидролизе фосфатов до фенола и дальнейшем определении фенола по реакции с диазотированным раствором п-нитроанилина, в результате чего образуется окрашенное соединение 4-окси-п-азо-4-нитробензол.

Отбор проб проводится с концентрированием в этанол.

Предел измерения - 1 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе - 0,2 мг/м^3 (при отборе 5 л воздуха

Диапазон измеряемых концентраций: 0,2 - 6,0 мг/м^3.

Определение специфично при наличии в воздухе одного из ДАФФ. Влияние фенола устраняется в процессе анализа.

Граница суммарной погрешности измерений не превышает ± 25%.

Предельно допустимая концентрация дифенил(2-этилгексил)фосфата в воздухе - 0,5 мг/м^3, ди(2-этилгексил)фенилфосфата - I мг/м^3.

2. Реактивы, растворы и материалы

Натрия гидроокись, ГОСТ 4328-77, 0,0I н и I0%-ный растворы.

Кислота соляная, ГОСТ 3II8-77, уд.веса I,I9 и 5 н раствор.

Пара-нитроанилин, ТУ 6-09-258-70, 0,5%-ный раствор. В 70 мл воды растворяют при нагревании 0,35 г п-нитроанилина. В полученный раствор добавляют 4 мл соляной кислоты уд.веса I,I9. Хранят в темной склянке.

Натрий азотистокислый, ГОСТ 4I97-74, 25%-ный раствор. Хранят в темной склянке.

Пара-нитрофенилдиазоний. К 3,7 мл раствора п-нитроанилина, приготовленного вышеуказанным способом добавляют 0,25 мл 25%-ного раствора азотистокислого натрия и перемешивают стеклянной палочкой. Приготовление раствора на холоду ускоряет процесс азотирования. Раствор готовят в день анализа.

Спирт этиловый, ГОСТ 5962-67, ректификат, 96%-ный.

Ди(2-этилгексил)фенилфосфат, ТУ 6-09-I6II-73.

Дифенил(2-этилгексилфосфат).

Основные растворы ди(2-этилгексил)фенилфосфата и дифенил(2-этилгексил)фосфата. В колбу емкостью 25 мл наливают I0 мл этилового спирта и взвешивают. Вносят 2-3 капли фосфата и взвешивают вторично. Объем раствора доводят до метки этанолом. По разности второго и первого взвешивания определяют навеску фосфата и вычисляют содержание его в I мл раствора.

Стандартные растворы с концентрацией I0 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением основных растворов фосфатов этанолом.

Фенол, ГОСТ 6417-72, перегнанный.

Основной раствор фенола. В колбу емкостью 25 мл наливают 10 мл 0,01 н раствора гидроокиси натрия и взвешивают. Вносят 2-3 кристаллика фенола и снова взвешивают. Объем раствора доводят до метки 0,01 н раствором гидроокиси натрия. По разности в весе рассчитывают содержание фенола в 1 мл раствора.

Стандартный раствор фенола с концентрацией 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением основного раствора 0,01 н раствором гидроокиси натрия.

3. Приборы и посуда

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Аспирационное устройство.

Поглотительные приборы с пористой пластинкой №1 и №2.

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

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

Пробирки колориметрические градуированные с притертой пробкой.

Баня водяная.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через поглотительный прибор с пористой пластинкой №2, содержащий 5 мл этанола. Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 5 л воздуха.

Условия анализа

Содержимое поглотительного прибора переносят в колориметрическую пробирку с притертой пробкой, вносят 0,3 мл 10%-ного раствора гидроокиси натрия, закрывают пробирки пробками, перемешивают их содержимое и гидролизуют 40 минут на водяной бане при 73-75°С. Далее пробы концентрируют выпариванием до объема 0,3 мл. По охлаждении в пробу вводят до 3 мл 0,01 н раствор гидроокиси натрия, 0,12 мл 5 н раствора соляной кислоты (до нейтральной или слабокислой

реакции). Затем добавляют 0,2 мл пара-нитрофенилдиазония и 0,2 мл 10%-ного раствора гидроокиси натрия. После прибавления каждого реактива пробы тщательно перемешивают. По интенсивности образующегося окрашивания судят о количестве вещества в пробе. Определение можно проводить визуально или фотометрически при длине волны 490 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам. Содержание ДАФФ в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице 4.

Таблица 4

Шкала стандартов

Номер стандарта	I	2	3	4	5	6	7	8
Стандартный раствор ДАФФ, мл	0	0,I	0,2	0,4	0,6	0,8	I,0	I,5
Этанол, мл	3	2,9	2,8	2,6	2,4	2,2	2,0	I,5
Содержание ДАФФ, мкг	0	I	2	4	6	8	I0	I5

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам. Шкала устойчива I сутки.

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

$$X = \frac{C \cdot V_1}{V \cdot V_{20}};$$

где: C – количество ДАФФ, 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)

Примечание. В случае, если совместно с ДАФФ в воздухе присутствует фенол, то последний определяют в параллельно отобранной пробе. Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через поглотитель-

тельный прибор с пористой пластинкой №I, содержащий 3 мл 0,0I н раствора гидроокиси натрия. Для определения I/2 ПДК для фенола необходимо отобрать I2 л воздуха. Пробу переводят в колориметрическую пробирку, прибавляют 0,I мл пара-нитрофенилдиазония и 0,I мл I0%-ного раствора гидроокиси натрия, тщательно перемешивают и фотометрируют при 490 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробе. Содержание фенола в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице 4 ,где в качестве стандартного раствора используют стандартный раствор фенола с концентрацией I0 мкг/мл, и в качестве поглотительного раствора 0,0I н раствор гидроокиси натрия. Все стандартные растворы обрабатывают аналогично пробе, измеряют оптическую плотность и строят график.

По разности между количеством фенола, полученного при гидролизе ДАФФ, и фенола, полученного без гидролиза, определяют количество ДАФФ в пробе.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t(273 + 20)\cdot P}{(273 + t^\circ) \cdot 101{,}33};$$

где: V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л.

P - барометрическое давление, кПа (101,33 кПа=760 мм рт.

t° - температура воздуха в месте отбора пробы, °С

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к стандартным условиям надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

К О Э Ф Ф И Ц И Е Н Т Ы

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°С и атмосферное давление 101,33 кПа

°С	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,40	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
-30	1.1582	1.1646	1.1709	1.1772	1.1836	1.1899	1.1963	1.2026	1.2058	1.2122	1.2185
-26	1.1393	1.1456	1.1519	1.1581	1.1644	1.1705	1.1768	1.1831	1.1862	1.1925	1.1986
-22	1.1212	1.1274	1.1336	1.1396	1.1458	1.1519	1.1581	1.1643	1.1673	1.1735	1.1795
-18	1.1036	1.1097	1.1158	1.1218	1.1278	1.1338	1.1399	1.1460	1.1490	1.1551	1.1611
-14	1.0866	1.0926	1.0986	1.1045	1.1105	1.1164	1.1224	1.1284	1.1313	1.1373	1.1432
-10	1.0701	1.0760	1.0819	1.0877	1.0936	1.0994	1.1053	1.1112	1.1141	1.1200	1.1258
-6	1.0540	1.0599	1.0657	1.0714	1.0772	1.0829	1.0887	1.0945	1.0974	1.1032	1.1089
-2	1.0385	1.0442	1.0499	1.0556	1.0613	1.0669	1.0726	1.0784	1.0812	1.0869	1.0925
0	1.0309	1.0366	1.0423	1.0477	1.0535	1.0591	1.0648	1.0705	1.0733	1.0789	1.0846
+2	1.0234	1.0291	1.0347	1.0402	1.0459	1.0514	1.0571	1.0627	1.0655	1.0712	1.0767
+6	1.0087	1.0143	1.0198	1.0253	1.0309	1.0363	1.0419	1.0475	1.0502	1.0557	1.0612
+10	0.9944	0.9999	1.0054	1.0108	1.0162	1.0216	1.0272	1.0326	1.0353	1.0407	1.0462
+14	0.9806	0.9860	0.9914	0.9967	1.0027	1.0074	1.0128	1.0183	1.0209	1.0263	1.0316
+18	0.9671	0.9725	0.9778	0.9830	0.9884	0.9936	0.9989	1.0043	1.0069	1.0122	1.0175
+20	0.9605	0.9658	0.9711	0.9763	0.9816	0.9868	0.9921	0.9974	1.0000	1.0053	1.0105
+22	0.9539	0.9592	0.9645	0.9696	0.9749	0.9800	0.9853	0,9906	0.9932	0.9985	1.0036
+24	0.9475	0.9527	0.9579	0.9631	0.9683	0.9735	0.9787	0.9839	0.9865	0.9917	0.9968
+26	0.9412	0.9464	0.9516	0.9566	0.9618	0.9669	0.9721	0.9773	0.9799	0.9851	0.9902
+28	0.9349	0.9401	0.9453	0.9503	0.9555	0.9605	0.9657	0.9708	0.9734	0.9785	0.9836
+30	0.9288	0.9339	0.9391	0.9440	0.9492	0.9542	0.9594	0.9645	0.9670	0.9723	0.9772
+34	0.9167	0.9218	0.9268	0.9318	0.9368	0.9418	0.9468	0.9519	0.9544	0.9595	0.9644
+38	0.9049	0.9099	0.9149	0.9198	0.9248	0.9297	0.9347	0.9397	0.9421	0.9471	0.9520

Приложение 3

Вещества, определяемые по ранее утвержденным и опубликованным Методическим Указаниям

№ пп	Наименование вещества	Опубликованные МУ
I.	Полиоксиамид	ТУ на метод определения пыли в воздухе промышленных предприятий. Выпуск IУ,1965 г., стр.165.
2.	Полибензоксазол	- " -
3.	Сополимер стирола и метилметакрилата (Инкар-27)	- " -
4.	Сополимер бутилакрилата, стирола, метилметакрилата, аллилметакрилата (Инкар-27а)	- " -
5.	Сополимер винилхлорида, винилацетата и винилового спирта (А-I50М)	- " -
6.	Полиоксадиазол (ПОД-2)	- " -
7.	Сополимер винилхлорида и метилакрилата МА-20	- " -
8.	Летучие вещества, выделяющиеся при вулканизации шинной резины (по сумме аминов)	ТУ на метод определения фенил-β-нафтиламина. Выпуск УП, 1971 г. стр.60.

Приложение 4

Перечень
учреждений, представивших методические указания в данный сборник

Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание
Фотометрическое определение адипиновой и себациновой кислот	Институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
Фотометрическое определение бутилнитрита	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса)	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Полярографическое определение вольфрама	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетрамина	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Полярографическое определение диэтилтеллурида	ЦИУВ, кафедра промгигиены г.Москва
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилфосфата и дифенил(2-этилгексил)фосфата	Институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
Фотометрическое определение 3,4-диметоксифенилацетонитрила (гомонитрила)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР. г.Москва
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида	- " -
Фотометрическое определение 2,3-дибром-2-бутен-1,4-диола	Одесский медицинский институт
Фотометрическое определение 1,2-диметоксибензола (вератрола)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г."осква
Газохроматографическое определение дибутилсебацината	Белорусский санитарно-гигиенический институт
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацината и диоктиладипината	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса	ГОСНИИ ХЛОРПРОЕКТ, г.Киев филиал
Газохроматографическое определение кетоэфира	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний

1	2
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол, изобутанол, углеводороды)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Хроматографическое определение которана	Ташкентский медицинский институт
Фотометрическое определение канифоли	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение летучих жирных кислот	- " -
Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля	ВНИИЖГ, г.Москва
Полярографическое определение марганца и железа	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Полярографическое определение меди	- " -
Газохроматографическое определение метанола из бензометанольной смеси	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Фотометрическое определение метурина	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Полярографическое определение молибдена	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Газохроматографическое определение метилового, этилового, изопропилового, н-пропилового, н-бутилового, втор-бутилового и изобутилового спиртов	- " -
Газохроматографическое определение 3-нитро-4-хлорбензотрифторида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение норборнена и норбарнадиена	- " -
Газохроматографическое определение окиси углерода	Казанское пуско-наладочное управление инженерно-производственного треста "Оргнефтехимзаводы"
Полярографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Спектрофотометрическое определение стиромаля	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца	- " -

I	2
Полярографическое определение титана	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение тиодифениламина	Донецкий НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилэтаноламина, диэтилэтаноламина, триэтаноламина)	- " -
Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Хроматографическое определение фенурона	- " -
Фотометрическое определение фенилметилмочевины	- " -
Фотометрическое определение хлористого натрия	Донецкий НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Хроматографическое определение хлорэндикового ангидрида	ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев
Полярографическое определение хрома (УI и Ш)	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение цианистого водорода	Ленинградский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР г.Москва

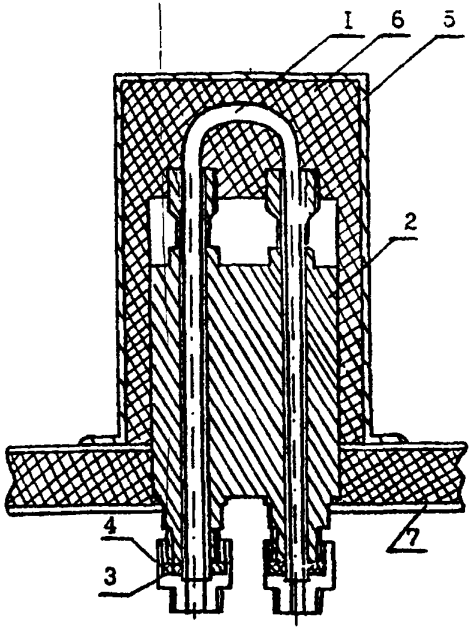


Рис.I. Общий вид установки реактора в испаритель.
I - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса, 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя, 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализатора.

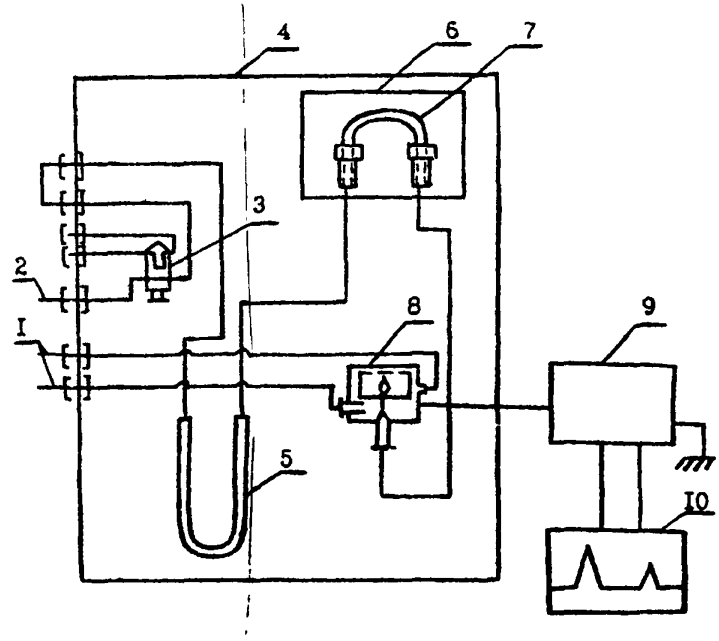


Рис.2. Схема подключения реактора.
I - подача воздуха, 2 - подача водорода, 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора, 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор, 8 - детектор, 9 - усилитель, I0 - потенциометр.

С О Д Е Р Ж А Н И Е

	стр.
Фотометрическое определение адипиновой и себациновой кислот	3
Фотометрическое определение бутилнитрита	7
Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса)	I0
Полярографическое определение вольфрама	I3
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетрамина	I7
Полярографическое определение диэтилтеллурида	2I
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилфосфата и дифенил(2-этилгексил)фосфата	25
Фотометрическое определение 3,4-диметоксифенилацетонитрила (гомонитрила)	30
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида	34
Фотометрическое определение 2,3-дибром-2-бутен-I,4-диола	37
Фотометрическое определение I,2-диметоксибензола (вератрола)	40
Газохроматографическое определение дибутилсебацината	43
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацината и диоктиладипината	47
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса	52
Газохроматографическое определение кетоэфира	55
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол,изобутанол,углеводороды)	60
Хроматографическое определение которана	65
Фотометрическое определение канифоли	69
Газохроматографическое определение летучих жирных кислот	72
Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля	76

стр.

Полярографическое определение марганца и железа..... 80

Полярографическое определение меди..... 86

Газохроматографическое определение метанола из бензо-метанольной смеси..... 90

Фотометрическое определение метурина..... 93

Полярографическое определение молибдена..... 97

Газохроматографическое определение метилового, этилового, изопропилового, н-пропилового, н-бутилового, втор-бутилового и изобутилового спиртов..... I02

Газохроматографическое определение 3-нитро-4-хлорбензотрифторида..... I06

Газохроматографическое определение норборнена и норборнадиена..... I09

Газохроматографическое определение окиси углерода..... II3

Полярографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии..... II7

Спектрофотометрическое определение стиромаля..... I22

Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца..... I25

Полярографическое определение титана..... I29

Фотометрическое определение тиодифениламина..... I34

Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилэтаноламина, диэтилэтаноламина, триэтаноламина)..... I37

Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины... I42

Хроматографическое определение фенурона..... I45

Фотометрическое определение фенилметилмочевины..... I50

Фотометрическое определение хлористого натрия..... I53

Хроматографическое определение хлорэндикового ангидрида. I56

Полярографическое определение хрома (УI и Ш)..... I6I

[illegible] определение цианистого водорода..... I67

Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида..... I7I

gost.e-ecolog.ru