МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVIII

Москва, 1983 г.

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVIII

Москва, 1983 г.

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

Выпуск XVIII

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

Редакционная коллегия : Мельникова Л.В., Беляков А.А., Бабина М.Д., Овечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ

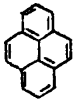
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

_____ А.И.ЗАЙЧЕНКО

"9" [illegible] 1983 г.

№ 2435-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ ПИРЕНА В ВОЗДУХА



М = 202

Пирен - $C_{16}H_{10}$ -полициклический ароматический углеводород, образуется при многих пиролитических процессах, т.пл. 149°С. т.кип. 399°С, растворяется во многих органических растворителях. Может присутствовать в воздухе рабочих помещений совместно с другими ПАУ при получении и использовании каменноугольной смолы и пека, в виде высокодисперсного аэрозоля или сорбированным на частицах пыли.

I. Общая часть

I. Метод основан на выделении пирена из сложной смеси ПАУ при помощи тонкослойной хроматографии и последующем спектрофотометрировании спиртового раствора в УФ-области спектра. Расчет содержания пирена ведется методом "базисных линий".

2. Предел обнаружения - 0,25 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения в воздухе - 0,010 мг/м^3 (при отборе 250 л воздуха).

4. Погрешность определения ± 10%.

5. Диапазон измеряемых концентраций от 0,01 мг/м^3 до 1 мг/м^3.

6. Метод специфичен. Определению не мешают другие ПАУ.

7. Предельно допустимая концентрация пирена - 0,03 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы.

Этиловый спирт, ГОСТ 5963-67, перегнанный, нефлуоресцирующий.

Бензол, ГОСТ 5955-75, х.ч.

н-Гексан, ТУ 6-09-3375-78, х.ч.

Пирен, очищенный перекристаллизацией из спирта: Стандартный раствор в бензоле с концентрацией 10 мкг/мл. (свидетель).

Эфир диэтиловый, МРТУ 6-09-5296-68.

Окись алюминия, для хроматографии, II степени активности.

9. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство.

Фильтры АФА-ХА-10.

Аппарат Сокслета, вместимостью 100 мл.

Фильтродержатели.

Испаритель роторный.

Колбы Вюрца.

Камера для хроматографирования.

Пластинки стеклянные, размером 9x12 см или 12x15 см.

Лампа ПРК-4 со светофильтром УФС-2 или УФС-3.

Баня водяная.

Спектрофотометр.

Пипетки, ГОСТ 2^292-74, вместимостью 0,1; 0,2; 5,0 и 10,0 мл.

Воронки с пористой пластинкой № 1.

Стаканы химические, вместимостью 50 и 100 мл.

Ш. Отбор пробы воздуха

10. Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ХА-10. Для определения концентрации пирена на уровне 1/2 предельн допустимой концентрации необходимо отобрать не менее 170 л воздуха.

IУ. Описание определения

11. Фильтр с отобранной пробой помещают в экстрактор аппарата Сокслета и экстрагируют бензолом в течение 4-5 ч. Из полученного экстракта удаляют бензол в роторном испарителе или в колбе Вюрца, остаток растворяют в 1-2 мл бензола и аликвоту в 0,1 или 0,2 мл наносят сплошной полосой на стартовую линию пластинки с незакрепленным слоем окиси алюминия. На стартовую линию отделенной части пластинки наносят каплю раствора - "свидетеля". Хроматографирование ведут в системе гексан-бензол (4:1) в течение 10-15 мин. После этого сырую пластинку освещают фильтрованным ультрафиолетовым светом и отмечают полосу, по окраске флуоресценции и положению на хроматограмме соответствующую свидетелю. Слой сорбента снимают, помещают в воронку с пористой пластинкой и промывают диэтиловым эфиром до отсутствия флуоресценции стекающих из воронки капель эфира. Эфир из экстракта упаривают на водяной бане при температуре около 40°. Остаток растворяют в 5 мл этилового спирта и замеряют оптическую плотность на спектрофотометре в кварцевых кюветах с шириной слоя 10 мм относительно чистого этилового спирта при трех длинах волн: λ_1 = 328нм, λ_2 =335 нм, λ_3 =342 нм. Если оптическая плотность раствора 1,2, пробу разбавляют спиртом и снова замеряют оптическую плотность.

Расчет содержания пирена в пробе в мг (С), ведут по формуле:

$$C = \frac{(0,5\,A_1 + A_2 - 0,5\,A_3)\cdot V_1 \cdot K \cdot V_2}{201 \cdot V_1};$$

где: A_I - оптическая плотность раствора при λ_1=328 нм.

A_2 - оптическая плотность раствора при λ_2=335 нм.

A_3 - оптическая плотность раствора при λ_3=342 нм.

V_2 - объем раствора пиреновой фракции, мл.

V - общий объем пробы, мл.

К - коэффициент разбавления.

V_I - объем пробы, взятый на хроматографирование, мл.

20I - эффективный коэффициент погашения пирена.

Концентрацию пирена в воздухе (X) в мг/м^3 рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{G}{V_{20}};$$

где: G - количество пирена в пробе, мкг.

V_{20} - объем протянутого воздуха, л^3, приведенный к стандартным условиям по формуле (см.приложение I).

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t\,(273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101{,}33}, \quad \text{где}$$

V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л

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

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °С

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения 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	98,4	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	1,1039
- 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	1,0021	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263	1,0316
+18	0,9671	0,9728	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122	1,0175

°C	Давление P, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	I00	I00,53	I0I,06	I0I,33	I0I,86	I02,40
+20	0,9605	0,9658	0,97II	0,9763	0,98I6	0,9868	0,992I	0,9974	I,0000	I,0053	I,0I05
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	I,0036
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,963I	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,99I7	0,9968
+26	0,94I2	0,9464	0,95I6	0,9566	0,96I8	0,9669	0,972I	0,9773	0,9799	0,985I	0,9902
+28	0,9349	0,940I	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
+30	0,9288	0,9339	0,939I	0,9440	0,9482	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772
+34	0,9I67	0,92I8	0,9268	0,93I8	0,9368	0,94I8	0,9468	0,95I9	0,9544	0,9595	0,9644
+38	0,9049	0,9099	0,9I49	0,9I98	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,942I	0,947I	0,9520

Приложение 3

Рисунки к сборнику № I8 "Методические указания по методам определения вредных веществ в воздухе".

Рис.I Стеклянная трубка с пористой пластинкой.

Рис.2 Схема динамического диффузионного дозатора:

I - сатуратор.

2 - тройник - капилляр.

3 - капиллярная колонка.

4 - сборник.

Рис.3 Концентрационная трубка:

I - стеклянная сетка, впаянная в трубку.

2 - стекловата.

3 - адсорбент.

Рис.4 Патрон плексигласовый для отбора проб воздуха:

I - штуцер.

2 - ниппель

3, 5 - кольцо

4 - фильтр

Рис.5 Схема установки для отбора пробы воздуха:

I - сорбционная трубка

2 - перфорированная перегородка с отверстиями d-0,8мм.

3 - Г - образная стеклянная переходная трубка.

4 - поглотительные сосуды Рихтера.

5 - резиновые муфты.

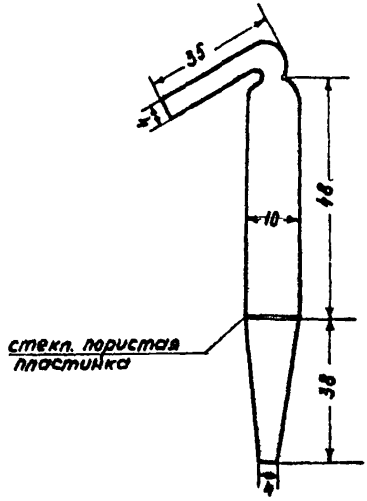


Рис. I. Стеклянная трубка с пористой пластинкой для отбора проб воздуха

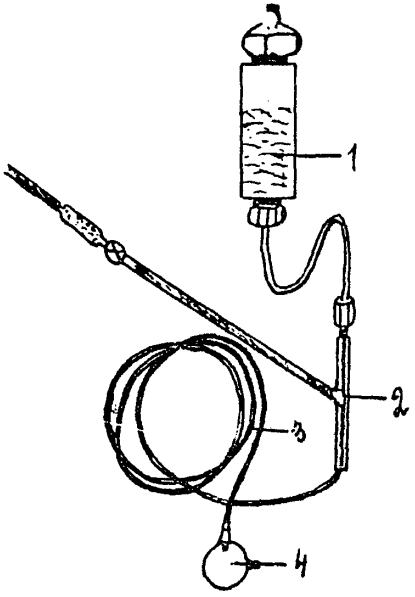


Рис 2. Схема динамического диффузионного дозатора.

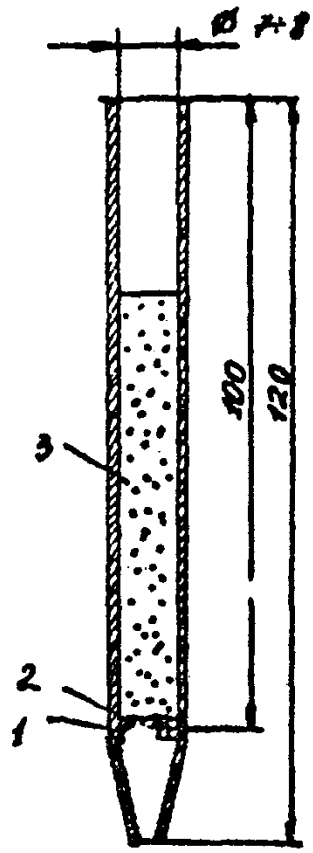


Рис.3. Концентрационная трубка

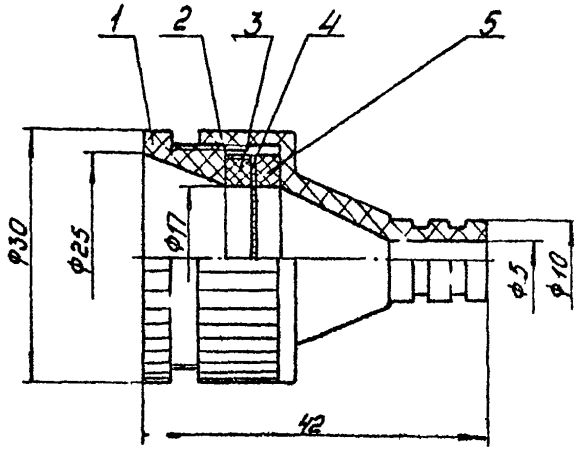


Рис. 4 Патрон плексигласовый
для отбора проб воздуха.

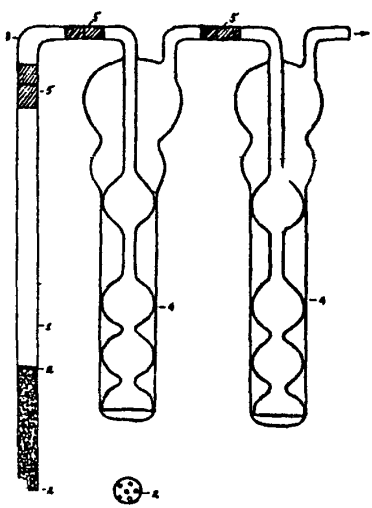


Рис. 5. Схема установки для отбора пробы воздуха.

Приложение 4

ПЕРЕЧЕНЬ

учреждений, представивших методические указания в данный сборник

№ № п/п	Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание
I	Методические указания по газохроматографическому определению бальзама лесного "А" в воздухе	Белорусский санитарно-гигиенический институт
2	Методические указания по методам определения вернама в воздухе	Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
3	Методические указания по газохроматографическому определению гексахлорбензола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
4	Методические указания по газохроматографическому определению гексафторида серы в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
5	Методические указания по хроматографическому определению 4,4-дитиодифенил-бис-малеимида в воздухе	ГорСЭС г.Москвы
6	Методические указания по газохроматографическому определению 2,3-дихлорпропена в воздухе	Новосибирский НИИ гигиены
7	Методические указания по газохроматографическому определению дихлорэтана, псевдокумола, моно- и дихлорметилпсевдокумола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
8	Методические указания по газохроматографическому определению изобутилового спирта в воздухе	Институт биофизики Минздрава СССР, г. Москва
9	Методические указания по газохроматографическому определению изомеров хлортолуола в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
I0	Методические указания по газохроматографическому определению метилтрет-бутилового эфира в воздухе	Ярославский НИИ мономеров для СК
II	Методические указания по газохроматографическому определению метилтолуилата, динила и диметилтерефталата в воздухе	Белорусский санитарно-гигиенический институт

I2	Методические указания по газохроматографическому определению метилфенилдиметоксисилана в воздухе	СЭС г.Данков
I3	Методические указания по газохроматографическому определению моно-нитронафталина и изомеров I,5 и I,8 - динитронафталина в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
I4	Методические указания по хроматографическому определению пиридона и нитропиридона в воздухе	-"-
I5	Методические указания по газохроматографическому определению пропионового альдегида в воздухе	ВНИИ нефтехим, г.Ленинграда
I6	Методические указания по методам определения ФДН в воздухе	Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
I7	Методические указания по газохроматографическому определению фосфорорганических пестицидов (карбофос, метафос, метилнитрофос, бромфос, трихлорметафос - 3, цидиал, цианокс в воздухе)	ВНИИГИНТОКС
I8	Методические указания по газохроматографическому определению фурана, тетрагидрофурана и сильвана в воздухе	Узбекский НИИ санитарии, гигиены и профзаболеваний
I9	Методические указания по газохроматографическому определению хлоризопрена, хлорметилбутена и дихлорметилбутена в воздухе	Научно-производственное объединение "НАИРИТ"
20	Методические указания по хроматографическому определению холинхлорида в воздухе	Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
2I	Методические указания по газохроматографическому определению циодрина в воздухе	ВНИИГИНТОКС
22	Методические указания по газохроматографическому определению эпихлоргидрина (ЭХГ) в воздухе	Ростовский медицинский институт
23	Методические указания по спектрографическому определению алюминия, ванадия, кремния, лития, меди, никеля, олова, сурьмы, титана, хрома, цинка и их неорганических соединений в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний

24	Методические указания по спектрографическому определению хрома, никеля, кобальта, железа, марганца, алюминия, молибдена, меди, титана и вольфрама в воздухе	Институт охраны труда ВЦСПС (г.Москва)
25	Методические указания по фотометрическому определению алюмосиликата бария в воздухе	Первый Московский мединститут
26	Методические указания по фотометрическому определению акролеина в воздухе	Штаб военизированных горноспасательных частей Урала г.Свердловск
27	Методические указания по фотометрическому определению арсенида галлия в воздухе	Первый Московский мединститут
28	Методические указания по фотометрическому определению БВК в воздухе	Ленинградский санитарно-гигиенический мединститут
29	Методические указания по фотометрическому определению бромбензантрона и дибромбензантрона в воздухе	Харьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
30	Методические указания по фотометрическому определению ванилина в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
31	Методические указания по фотометрическому определению гваякола в воздухе	-"-
32	Методические указания по фотометрическому определению диалкилфталата в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
33	Методические указания по спектрофотометрическому определению дилуцина в воздухе	Рижский мединститут
34	Методические указания по фотометрическому определению димера метилциклопентадиена в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
35	Методические указания по фотометрическому определению 3,5-динитро-4-хлорбензойной кислоты в воздухе	Подсекция "Промышленно-санитарная химия"
36	Методические указания по фотометрическому определению метилового эфира метоксиуксусной кислоты в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР

37	Методические указания по фотометрическому определению монометакрилата пропиленгликоля в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
38	Методические указания по фотометрическому определению монохлорметилпсевдокумола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
39	Методические указания по фотометрическому определению озона в воздухе	Ленинградский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
40	Методические указания по фотометрическому определению о-оксибензилового спирта в воздухе	Харьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
41	Методические указания по фотометрическому определению I-оксиэтилидендифосфоновой кислоты, тринатриевой соли оксиэтилидендифосфоновой кислоты и нитрилотриметиленфосфоновой кислоты в воздухе	ВНИИ "ИРЕА" г.Москва
42	Методические указания по спектрофотометрическому определению пирена в воздухе	Свердловский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
43	Методические указания по фотометрическому определению рифампицина в воздухе	ВНИИ антибиотиков
44	Методические указания по фотометрическому определению фосфиноксида разнорадикального C_5 - C_9 и тризоамилфосфиноксида в воздухе	Саратовский мединститут
45	Методические указания по фотометрическому определению фуразолидона в воздухе	Рижский мединститут
46	Методические указания по фотометрическому определению этилового эфира циануксусной кислоты в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
47	Методические указания по титриметрическому определению ксантогенатов в воздухе	Армянский НИИ общей гигиены и профзаболеваний

СОДЕРЖАНИЕ

Методические указания по газохроматографическому определению бальзама лесного "А" в воздухе 3

Методические указания по методам определения вернама в воздухе 6

Методические указания по газохроматографическому определению гексахлорбензола в воздухе 15

Методические указания по газохроматографическому определению гексафторида серы в воздухе. 19

Методические указания по хроматографическому определению 4,4-дитиодифенил-бис-малеинида в воздухе 22

Методические указания по газохроматографическому определению 2,3-дихлорпропена в воздухе 26

Методические указания по газохроматографическому определению дихлорэтана, псевдокумола, моно- и дихлорметил-псевдокумола в воздухе 30

Методические указания по газохроматографическому определению изобутилового спирта в воздухе 37

Методические указания по газохроматографическому определению изомеров хлортолуола в воздухе 41

Методические указания по газохроматографическому определению метил-третбутилового эфира в воздухе . 45

Методические указания по газохроматографическому определению метилтолуилата, диэтила и диметилтерефталата в воздухе 50

Методические указания по газохроматографическому определению метилфенилдиметоксисилана в воздухе . 56

Методические указания по газохроматографическому определению моно-нитронафталина и изомеров 1,5- и 1,8-динитротронафталина в воздухе 60

Методические указания по хроматографическому определению пиридона и нитропиридона в воздухе. . 65

Методические указания по газохроматографическому определению пропионового альдегида в воздухе . . . 70

Методические указания по методам определения ФДН в воздухе 75

Методические указания по газохроматографическому определению фосфорорганических пестицидов (карбофос, метафос, метилнитрофос, бромофос-3, цитиал, цианокс) в воздухе 83

Методические указания по газохроматографическому определению фурана, тетрагидрофурана и сильвана в воздухе 89

Методические указания по газохроматографическому определению хлоризопрена, хлорметилбутена и дихлорметилбутена в воздухе 94

Методические указания по хроматографическому определению холинхлорида в воздухе 98

Методические указания по газохроматографическому определению циодрина в воздухе 103

Методические указания по газохроматографическому определению эпихлоргидрина (ЭХГ) 108

Методические указания по спектрографическому определению алюминия, ванадия, кремния, лития, магния, меди, никеля, олова, сурьмы, титана, хрома, цинка и их неорганических соединений в воздухе 112

Методические указания по спектрографическому определению хрома, никеля, кобальта, железа, марганца, алюминия, молибдена, меди, титана и вольфрама в воздухе 118

Методические указания по фотометрическому определению алюмосиликата бария в воздухе 126

Методические указания по фотометрическому определению акролеина в воздухе 130

Методические указания по фотометрическому определению арсенида галлия в воздухе 134

Методические указания по фотометрическому определению БВК в воздухе 139

Методические указания по фотометрическому определению бромбензантрона и дибромбензантрона в воздухе 144

Методические указания по фотометрическому определению ванилина в воздухе 148

Методические указания по фотометрическому определению гваякола в воздухе 152

Методические указания по фотометрическому определению диалкилфталата в воздухе 156

Методические указания по спектрофотометрическому определению дилудина в воздухе 159

Методические указания по фотометрическому определению димера метилциклопентадиена в воздухе. . . 163

Методические указания по фотометрическому определению 3,5-динитро-4-хлорбензойной кислоты в воздухе 166

Методические указания по фотометрическому определению метилового эфира метоксиуксусной кислоты в воздухе 169

Методические указания по фотометрическому определению монометакрилата пропиленгликоля в воздухе 173

Методические указания по фотометрическому определению монохлорметилпсевдокумола в воздухе 177

Методические указания по фотометрическому определению озона в воздухе 181

Методические указания по фотометрическому определению о-оксибензилового спирта в воздухе 186

Методические указания по фотометрическому определению 1-оксиэтилидендифосфоновой кислоты, тринатриевой соли оксиэтилидендифосфоновой кислоты и нитрилотриметиленфосфоновой кислоты в воздухе 189

Методические указания по спектрофотометрическому определению пирена в воздухе 194

Методические указания по фотометрическому определению рифампицина в воздухе 198

Методические указания по фотометрическому определению фосфиноксида разнорадикальног $C_5 - C_9$ и тризоамилфосфиноксида в воздухе 202

Методические указания по фотометрическому определению фуразолидона в воздухе 207

Методические указания по фотометрическому определению этилового эфира циануксусной кислоты в воздухе 211

Методические указания по титриметрическому определению ксантогенатов в воздухе 215

Приложение 1. Формула для приведения объема воздуха к стандартным условиям 218

Приложение 2. Таблица коэффициентов для приведения объема воздуха к стандартным условиям 219

Приложение 3. Рисунки к сборнику № 18 221

Приложение 4. Перечень учреждений, представивших методические указания в данный сборник 227

Д-72444 от I4.06.83г. Зак. I596 Тир. II60

Типография Министерства Здравоохранения СССР.

gost.e-ecolog.ru