МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуски с 1 по 5

МОСКВА ЦРИА «МОРФЛОТ»

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуски с 1 по 5

МОСКВА ЦРИА «МОРФЛОТ»
1981

Методические указания на определение вредных веществ в воздухе. М., ЦРИА «Морфлот», 1981, 252 с.

Методические указания подготовлены сотрудниками лаборатории санитарно-химических методов исследования Института гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР.

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.

Редакционная коллегия: Г. С. Павловская и В. Г. Овечкин.

Ил. 21, табл. 128, прил. 3.

Методические указания на определение вредных веществ в воздухе

Отв. за выпуск Г. С. Павловская

Редактор Г. Г. Тимофеева

Технический редактор Л. П. Бушева

Корректоры О. Л. Лизина и Г. Е. Поталова

Л-53539. Сдано в набор 27/X-80 г. Подписано в печать 6/VI-81 г. Формат изд. 60×90/16. Бум. типограф. фин. Гарнитура литературная. Печать высокая. Печ. л. 15,75. Уч-изд. л. 23,21. Изд. № 741-Т. Заказ тип. № 2300. Тираж 3000. Цена 3 руб. 48 коп.

Центральное рекламно-информационное агентство ММФ (ЦРИА «Морфлот»).

Типография «Моряк», Одесса, ул. Ленина, 26

© Центральное рекламно-информационное агентство ММФ (ЦРИА «Морфлот»), 1981 г.

УТВЕРЖДАЮ.
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР А. И. ЗАИЧЕНКО
18 апреля 1977 г.
№ 1718—77.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ТИТРОМЕТРИЧЕСКОЕ, ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ И ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРОРГАНИЧЕСКИХ ЯДОХИМИКАТОВ В ВОЗДУХЕ

I. Общая часть

1. Определение основано на разрушении хлорорганических соединений смесью серной кислоты с двухромовокислым калием при температуре 140°С, поглощении освободившегося элементарного хлора раствором иодистого калия с крахмалом и дальнейшем титровании выделившегося иода или фотометрировании окрашенного раствора.

Хроматографическое определение основано на разделении хлорорганических ядохимикатов в тонком слое окиси алюминия и их обнаружении по реакции с раствором азотнокислого серебра в аммиаке и ацетоне или с ацетоновым раствором ароматического амина.

2. Предел обнаружения в анализируемом объеме раствора титрометрически — 4 мкг хлора, фотометрически — 0,1 мкг хлора, хроматографически — 0,5 — 5 мкг вещества.

3. При титрометрическом и фотометрическом определении сернистый ангидрид, хлориды и другие хлорорганические соединения мешают определению.

4. Предельно допустимые концентрации хлорорганических ядохимикатов в воздухе приведены в таблице.

5. Применяемые реактивы и растворы.

Стандартный раствор иода, соответствующий 10 мкг/мл хлора. К 2,82 мл 0,01 н. раствора иода добавляют дистиллированную воду до объема 100 мл. Раствор употребляют свежеприготовленным. Титр 0,01 н. раствора иода проверяют систематически.

Калий двухромовокислый, ГОСТ 4220—65, перекристаллизованный и высушенный при 150°С в течение 3 ч.

Серная кислота, ГОСТ 4204—66, плотность 1,82—1,84.

Магний сернокислый, безводный, ГОСТ 4523—67, получают при осторожном нагревании кристаллической соли до 240°С.

Серебро сернокислое, ТУ 2П-10—67.

Эфир диэтиловый, ГФ-9, перегнанный, не содержащий примеси хлоридов. Эфир проверяют на содержание хлоридов так же, как в описании определения хлорорганических ядохимикатов.

Ацетон, ГОСТ 2603—69, перегнанный, проверенный на содержание хлоридов. Если он загрязнен хлоридами, его надо профильтровать через хроматографическую колонку, заполненную прокаленной окисью алюминия.

Натрий серноватистокислый, ГОСТ 4215—66, 0,002 н. раствор.

Иод кристаллический, ГОСТ 4159—64, 0,01 н. раствор.

Крахмал растворимый, ГОСТ 10163—61, 1%-ный раствор.

Калий иодистый, ГОСТ 4232—65, 2,5%-ный раствор.

Вместо иодистого калия можно использовать иодистый кадмий, который более устойчив по отношению к свету и кислороду воздуха и более избирателен к хлору.

Поглотительный раствор для хлора: 100 мл 2,5%-ного раствора иодистого калия смешивают с 50 мл 1%-ного раствора крахмала и кипятят 2—3 мин. По охлаждении раствор разбавляют водой до 500 мл и перемешивают. Раствор годен в течение 6 мес при хранении в темном месте.

Вата медицинская обезжиренная гигроскопическая, ГОСТ 5556—50, обработанная 3—4 раза нагретым до кипения эфиром и высушенная. Нагревать эфир на водяной бане.

Вата (волокно) стеклянная, обработанная концентрированной серной кислотой, промытая водой до нейтральной реакции и высушенная при температуре 100—110°С.

Аскарит, МРТУ 6-09-6592—70, отсеянный от мелких частиц, или гранулированный едкий натр, ГОСТ 4328—66, или натронная известь гранулированная, ГОСТ 4455—66.

Окислительная смесь. В сухую колбу вместимостью 200 мл вносят 25 г двухромовокислого калия, растертого в тонкий порошок, и 100 мл концентрированной серной кислоты. Тщательно перемешивают стеклянной палочкой и нагревают на парафиновой бане в течение 1 ч при температуре 125—130°С. В процессе нагревания через смесь при помощи стеклянной трубки, доходящей до дна колбы, пропускают очищенный воздух со скоростью 50—60 л/мин.

Для этого стеклянную трубку присоединяют к очистительной системе. Нагревание необходимо для удаления присутствующей в реактивах примеси хлорида. Смесь пригодна в течение 6 мес. Проверку окислительной смеси на присутствие хлоридов производят в приборе для сожжения хлорорганических ядохимикатов. Для этого 4 мл смеси наливают через воронку в колбу и затем проводят все операции, которые описаны при проведении анализа. При положительной реакции повторяют операцию удаления хлоридов.

Активированная окислительная смесь. В сухую колбу вместимостью 200 мл вносят 0,5 г сернокислого серебра, 2,5 г сернокислого магния и 100 мл окислительной смеси без осадка и не содержащей примеси хлоридов. Содержимое колбы хорошо перемешивают стеклянной палочкой и нагревают на парафиновой бане 20—30 мин при 120—130°С. В процессе нагревания через смесь пропускают очищенный воздух, после чего проверяют на присутствие хлоридов.

Силикагель мелкодисперсный марки АСМ или МСМ, ГОСТ 3956—54, с размером зерен 1 мм. Силикагель проверяют на присутствие примеси хлоридов, для чего 5—6 г помещают в колбу прибора для разрушения хлорорганических

ядохимикатов, наливают 8—10 мл активированной окислительной смеси и далее поступают так, как описано при определении ядохимикатов. В случае загрязнения силикагеля примесями его подвергают очистке. Для этого кипятят 3—4 ч с разведенной азотной кислотой (1:3), затем промывают горячей водопроводной и дистиллированной водой до нейтральной реакции промывных вод (проба с лакмусовой бумагой или с метилоранжем) и до отрицательной реакции на хлор-ион (проба с азотнокислым серебром). Далее силикагель нагревают 3—4 ч в муфельной печи при 350—400°С.

Азотная кислота, ГОСТ 4461—66, плотность 1,37—1,42.

Серебро азотнокислое, ГОСТ 1277—63, 5%-ный раствор.

Метиловый оранжевый, ГОСТ 10816—64, 0,1%-ный раствор.

Окись алюминия для хроматографии, МРТУ 6-09-5296—68, просеянная через сито в 100 меш. или капроновую ткань.

Кальций сернокислый, 2-водный, ГОСТ 3210—66, просеянный через сито с диаметром отверстий в 100 меш.

Для приготовления сорбционной массы на 10 пластинок размером 9×12 см берут 50 г окиси алюминия, 5 г сернокислого кальция и 75 мл дистиллированной воды. Окись алюминия с сернокислым кальцием тщательно смешивают в фарфоровой ступке, переносят в колбу, прибавляют воду и встряхивают до образования однородной массы. 10 г сорбционной массы наливают на пластинку и, покачивая, равномерно распределяют по поверхности. Сушат в течение 12—14 ч при комнатной температуре. Хранят в эксикаторе.

Стандартные растворы ядохимиката с содержанием 100 мкг/мл. 10 мг ядохимиката растворяют в 100 мл диэтилового эфира или *н*-гексана. Хранят на холоде в плотно закрытой склянке.

Аммиак, 25%-ный раствор, ГОСТ 3760—64.

н-Гексан, МРТУ 6-09-6518—70.

Ацетон, ГОСТ 2603—63.

Хлороформ, ГОСТ 3160—51.

Петролейный эфир, ТУ МХП 1867—48.

Фильтры аналитические АФА-ХА-18.

Фильтры беззольные.

Испытание фильтров и ваты: 3—4 фильтра или 0,5 г гигроскопической ваты промывают 5—10 мл диэтилового эфира, эфир упаривают до объема 0,3—0,5 мл, наносят на хроматографическую пластинку, опускают в камеру с подвижным растворителем, который рекомендуется для определяемого препарата, и далее поступают так, как описано при определении препарата.

При отсутствии на хроматограмме пятен с Rf, равным по значению Rf определяемого препарата, фильтры или вата пригодны для отбора проб воздуха.

Проявляющие реактивы. Реактив № 1 — раствор азотнокислого серебра в аммиаке и ацетоне. 0,5 г азотнокислого серебра растворяют в 5 мл аммиака и доводят объем жидкости до 100 мл ацетоном. Раствор хранят на холоде, годен в течение нескольких дней.

Реактив № 2 — *о*-толидиновый. 0,5%-ный раствор *о*-толидина в ацетоне, профильтрованный. Хранят на холоду, срок хранения 3 дня.

Щелочно-перекисный раствор: смесь 3 объемов, 0,5%-ного раствора едкого натра и 2 объемов 3%-ного раствора перекиси водорода. Перед обработкой хроматограммы готовят реактив, состоящий из равных объемов 0,5%-ного раствора *о*-толидина в ацетоне и щелочно-перекисного раствора.

Реактив № 3— бензидиновый. Готовят так же, как и *о*-толидиновый реактив.

Реактив № 4— дифениламиновый. Смешивают один объем 20%-ного раствора дифениламина в ацетоне с двумя объемами 10%-ного ацетонового раствора хлористого цинка (профильтрованного). Смесь готовят перед употреблением.

6. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Приборы для разрушения хлорорганических ядохимикатов (см. рис. 16).

Аллонжи стеклянные, заполненные 0,2—0,4 г гигроскопической ваты.

Гофрированные стеклянные трубки, плотно заполненные 3—4 г силикагеля,

закрытые с обоих концов стеклянной ватой. Между силикагелем и стенками трубок не должно быть незаполненного пространства. Концы трубок закрывают заглушками.

Поглотительные приборы с пористой пластинкой № 1 (см. рис. 3).

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

Пипетки, ГОСТ 20292—74, вместимостью 5 и 10 мл с делениями 0,05 и 0,1 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292—74, вместимостью 1 и 2 мл с делениями 0,01 мл.

Микробюретка, ГОСТ 20292—74, вместимостью 1 мл с делениями 0,01 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770—74, вместимостью 100 мл.

Колбы конические, ГОСТ 1770—74, вместимостью 200 и 50 мл.

Колбы плоскодонные, ГОСТ 1770—74, вместимостью 200 мл.

Воронки химические диаметром 30 и 50 мм.

Цилиндр мерный, ГОСТ 1770—74, вместимостью 500 мл.

Очистительная система, собранная по рис. 17, состоит из склянки Тищенко вместимостью 200 мл и поглотительной колонки вместимостью 300—500 мл. Склянку Тищенко на $^1/_3$ заполняют концентрированной серной кислотой. Колонку на $^2/_3$ заполняют аскаритом или гранулированной натронной известью и на $^1/_3$ гигроскопической ватой, чтобы задержать аскарит или известь, которые могут быть увлечены из колонки током воздуха. На дне колонки помещают тонкий слой ваты. Склянку Тищенко и колонку соединяют между собой резиновыми трубками встык. Другой отвод склянки Тищенко при помощи резиновой трубки присоединяют к бутыли аспиратора. Необходимо следить, чтобы серная кислота не попадала на резиновые трубки. К колонке присоединяют резиновую трубку с винтовым зажимом для регулирования тока воздуха.

Термометры, ГОСТ 215—57, на 100 и 200°.

Баня водяная.

Баня парафиновая.

Плитка электрическая.

III. Отбор пробы воздуха

7. Исследуемый воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через последовательно соединенные встык аллонж, заполненный ватой, и гофрированную трубку с силикагелем. В случае отбора небольшого объема воздуха (1—5 л) вместо трубки с силикагелем можно применить поглотительный прибор с пористой пластинкой с 5 мл ацетона. Воздух в этом случае аспирируют со скоростью 0,5 л/мин. Поглотительный прибор погружают в сосуд с охлаждающей смесью.

Гексахлорбутадиен отбирают только на силикагель. Для отбора пробы воздуха, содержащего пыль и аэрозоль ядохимиката, наряду с гигроскопической ватой можно пользоваться беззольными фильтрами или фильтрами АФА-ХА-18. 2—3 фильтра вкладывают в аллонжи.

Для определения $^1/_2$ ПДК необходимо отобрать 50—60 л воздуха при уровне ПДК 0,01 мг/м³ и до 10 л при уровне ПДК 0,1 мг/м³ и выше.

IV. Описание определения

8. Вату переносят в стакан и обрабатывают дважды по 10 мл эфиром, отжимая ее стеклянной палочкой. Промывные растворы сливают в колбу прибора для разрушения ядохимикатов (см. рис. 13). В эту же колбу переносят силикагель вместе с пробами из стеклянной ваты. Эфир испаряют на электрической водяной бане при температуре не выше 35°С (осторожно от огня).

Если проба отбиралась в ацетон, то его вливают в пробирку с двумя метками — 10 и 20 мл. Поглотительный прибор промывают 5 мл эфира, который сливают в ту же пробирку. Раствор смешивают с эфиром, полученным после промывки ваты.

Ацетоно-эфирный раствор постепенно по 5 мл наливают в колбу (см. рис. 1) выпаривают досуха на электрической водяной бане при 50°С (не выше). Колбу присоединяют к остальной части прибора (см. рис. 14) и через воронку наливают 8 мл активированной окислительной смеси. Смесью смачивают внутреннюю поверхность расширенной части колбы, воронку прибора закрывают

пришлифованной пробкой с отводной трубкой, соединенной с очистительной системой. Прибор помещают в нагретую до 50—60°С парафиновую баню. Отводную трубку прибора погружают в пробирку-приемник с 5 мл поглотительного раствора для хлора. Нижний конец отводной трубки должен находиться от дна пробирки на расстоянии не более 5 мм.

Закрепляют прибор в штативе и нагревают парафиновую баню до 130°С. В случае применения неактивированной окислительной смеси парафиновую баню нагревают до 140°С. Через 10—15 мин после достижения указанной температуры пропускают через установку (см. рис. 14) очищенный воздух со скоростью 50—60 мл/мин. Процесс разрушения ядохимиката, сопровождающийся выделением хлора, что видно по посинению поглотительного раствора, обычно продолжается 15—20 мин.

В случае большого количества хлорорганического ядохимиката в пробе, когда жидкость в пробирке интенсивно окрашивается в темно-синий цвет, следует заменить приемную пробирку другой пробиркой с 5 мл поглотительного раствора. Конец реакции определяют по прекращению выделения иода, когда поглотительный раствор остается бесцветным.

Выделившийся иод определяют в случае большого количества (более 0,05 мг в пробе) титрометрически, а в случае малых количеств — фотометрически.

А. Титрометрическое определение

Поглотительный раствор всех приемных пробирок сливают вместе в коническую колбу и титруют 0,002 н. раствором тиосульфата натрия до обесцвечивания жидкости. Для титрования применяют микробюретку.

Концентрацию хлорорганического соединения в воздухе X в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{VK71}{V_{20}},$$

где V — объем точно 0,002 н. раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование пробы, мл;

71 — количество хлора в мкг, соответствующее 1 мл точно 0,002 н. раствора тиосульфата натрия;

K — коэффициент для пересчета хлора на хлорорганическое соединение;

V_{20} — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение), л.

Б. Фотометрическое определение

5 мл пробы вносят в колориметрическую пробирку и затем измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 10 мм при длине волны 574 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Содержание вещества в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно табл. 123.

Таблица 123

Шкала стандартов

№ стандарта	Стандартный раствор йода, мл	Поглотительный раствор для хлора, мл	Содержание хлора, мкг
1	0	5	0
2	0,05	4,95	0,5
3	0,1	4,9	1,0
4	0,2	4,8	2,0
5	0,4	4,6	4,0
6	0,6	4,4	6,0
7	0,8	4,2	8,0
8	1,0	4,0	10,0

Измеряют оптические плотности растворов шкалы стандартов при 574 нм и строят калибровочный график.

Если оптическая плотность анализируемого раствора превышает оптическую плотность последнего стандарта, то пробу следует разбавить поглотительным раствором, но не более чем в 2 раза. Если требуется большое разбавление, то анализ следует проводить титрометрическим методом.

Концентрацию вещества в воздухе X в мг/м³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{GV_1K}{VV_{20}},$$

где G — количество хлора, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;
V_1 — общий объем пробы, мл;
V — объем пробы, взятый для анализа, мл;
K — коэффициент для пересчета хлора на хлорорганическое соединение;
V_{20} — объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение), л.

В. Хроматографическое определение

Вату или фильтр из аллонжей переносят в стаканчики и промывают трижды по 5 мл диэтиловым эфиром, отжимая последний из ваты стеклянной палочкой в цилиндр.

Адсорбированные силикагелем пары ядохимикатов извлекают эфиром. Для этого один конец гофрированной трубки, который был обращен к аспиратору во время отбора пробы, соединяют встык с воронкой и промывают трубку диэтиловым эфиром (10—15 мл), вливая его небольшими порциями.

Измеряют объем соединенных экстрактов, отбирают для анализа половину и упаривают ее в водяной бане при температуре 40° до объема 0,3—0,5 мл. Ацетоновый раствор пробы упаривают при 50°. При этом рекомендуется прибавлять приблизительно двукратный объем эфира по мере выпаривания жидкости.

Эфирный раствор гексахлорбутадиена вследствие большой летучести препарата испаряют при комнатной температуре не выше 25°.

Пробу исследуемого ядохимиката при помощи микропипетки вместимостью 0,1 мл или пипетки с оттянутым концом наносят по каплям в одну точку на пластинку с сорбентом на середину стартовой линии. Колбочку с пробой несколько раз (3—4) смывают небольшими порциями (по 0,3 мл), которые наносят в центр того же пятна. Справа и слева от пробы наносят стандартные растворы исследуемого ядохимиката, содержащие 2, 5, 10 мкг препарата.

Пластинку с нанесенными растворами опускают в камеру, на дно которой за 15—20 мин до хроматографирования налит *н*-гексан или смесь гексана с ацетоном.

После того как растворитель поднимется по слою сорбента на 10 см, пластинку вынимают из камеры и оставляют на несколько минут на воздухе для испарения растворителя, затем помещают горизонтально в камеру для опрыскивания и хроматограмму опрыскивают из мульверизатора одним из проявляющих реактивов. При этом необходимо следить за тем, чтобы опрыскивание проводилось достаточно мелкими каплями проявителя, не нарушая слоя сорбента и формы пятна. Смесь проявляющих реактивов № 2, 3, 4 готовят перед употреблением.

После опрыскивания пластинку облучают под кварцевой лампой, помещая ее на расстоянии 25 см от источника ультрафиолетового света. В случае наличия в пробе препаратов на пластинке появляются пятна, расположенные на одинаковом уровне и аналогичные по окраске пятна стандартных растворов.

Чувствительность определения гексахлорбутадиена 15—20 мкг, других хлорсодержащих ядохимикатов 0,5—5 мкг в пробе.

Пластинки, обработанные раствором азотнокислого серебра (реактив № 1), перед облучением ультрафиолетовым светом просушивают при комнатной температуре до удаления запаха аммиака.

Исследуемые ядохимикаты обнаруживаются в виде серо-черных пятен после 20 мин, а некоторые (гексахлоран, хлорофос) после 30 и 40-минутного (ДДВФ) облучения. Окраска пятен устойчива в течение нескольких дней.

При определении хлорфенола (промежуточного продукта синтеза эфирсульфоната) рекомендуется пластинку с нанесенным препаратом облучать дважды: первый раз 3—5 мин до обработки раствором азотнокислого серебра для фотохимического разложения препарата и второй раз 5—7 мин после опрыскивания пластинки для увеличения интенсивности окраски пятен.

Пластинки, обработанные реактивом (*о*-толидиновым, бензидиновым или дифениламиновым), следует облучать ультрафиолетовым светом тотчас после опрыскивания.

После обработки пластинок *о*-толидиновым реактивом и облучения ультрафиолетовым светом гексахлоран и эфирсульфонат проявляются через 15—30 с в виде характерных зелено-оранжевых пятен. Окраска пятен устойчива в течение 2—3 суток. Альдрин, ДДТ, гептахлор и другие ядохимикаты проявляются после облучения в течение 1—3 мин.

Бензидиновый реактив характерен для гексахлорана, ДДТ и гептахлора. Пластинки, обработанные дифениламиновым реактивом, облучают 5 мин ультрафиолетовым светом и 10 мин — в ультрафиолетовом свете со светофильтром УФС-3.

В табл. 124 приведены ориентировочные величины Rf для ядохимикатов.

Величина Rf гексахлорбутадиена в таких подвижных растворителях, как диэтиловый эфир, петролейный эфир, хлороформ, диметилформамид, четыреххлористый углерод, сероуглерод, этиловый спирт, *н*-бутиловый спирт, бензол, толуол, ксилол, бензин, вазелиновое масло, гексан, ацетон, метилэтилкетон и их смеси в различных отношениях, равна 1.

Количественное определение препарата производят путем визуального сравнения интенсивности окраски и размера пятен пробы и стандартных растворов.

Расчет результатов анализа производят по формуле:

$$X = \frac{AV}{V_1 V_{20}} \text{ или } X = \frac{A_1 S_2 V}{V_1 S_1 V_{20}},$$

где X — содержание препарата в воздухе, мг/м³;
A — количество препарата, найденное путем визуального сравнения размера и интенсивности пятен пробы и стандартных растворов, мкг;
V — общий объем исследуемой пробы, мл;
V_1 — объем пробы, взятый для анализа, мл;
A_1 — содержание препарата в стандартном растворе, мкг;
S_1 — площадь пятна стандартного раствора, мм²;
S_2 — площадь пятна пробы, мм²;
V_{20} — объем воздуха, взятый для анализа и приведенный к нормальным условиям по формуле (см. приложение), л.

Таблица 124

№	Название вещества	ПДК, мг/м³	Коэффициент для пересчета хлора на хлорорганический ядохимикат	Величина
1	Алдрин	0,01	1,71	0,70—0,85
2	Аллодан	0,5	1,40	
3	Бисхлорметилбензол	1,0	2,47	
4	Бисхлорметилксилол	1,0	2,87	
5	Бисхлорметилнафталин	0,5	3,17	
6	Гексахлоран	0,1	1,37	0,28—0,30
7	Гексахлорбензол	0,9	3,34	0,87—0,90
8	Гептахлор	0,1	1,50	0,66
9	Дилдрин	0,01	1,79	0,13—0,18
10	ДДД	—	2,26	0,25
11	ДДТ	0,1	2,00	0,55—0,60
12	Инсектофунгицидный репеллентный дуст		1,37	

Продолжение

№	Название вещества	ПДК, мг/м³	Коэффициент для пересчета хлора на хлорорганический ядохимикат	Величина
13	Креолин активированный		1,37	0,28—0,30
14	Креолиновое масло активированное		1,37	
15	Метоксихлор		3,25	0,10—0,15
16	Пертан		4,33	0,50
17	Пентахлорнитробензол	0,5	1,67	
18	Полихлоркамфен (содержит 64% хлора)		1,50	
19	Тетрахлорнитробензол		1,84	0,70
20	Хлориндан	0,01	1,44	
21	Хлорофос		2,42	0,0
22	Хлортен (содержит 64—68% хлора)	0,2	1,54	
23	Хлорфен		1,46	
24	Эфиран		2,19	
25	Эфирсульфонат	2,0	4,05	0,0
26	Полихлорпинен (содержит 64% хлора)	0,2	1,50	1,0
27	Оксикарбамат	0,5	5,54	
28	Ипазин	2,0	6,85	
29	Диптал	1,0	2,87	0,14
30	Гексахлорбутадиен			1,0
31	Эндрин			0,10
32	Пентахлорфенол			0,0
33	Пентахлорфенолят натрия			0,0
34	Кротилин			0,0

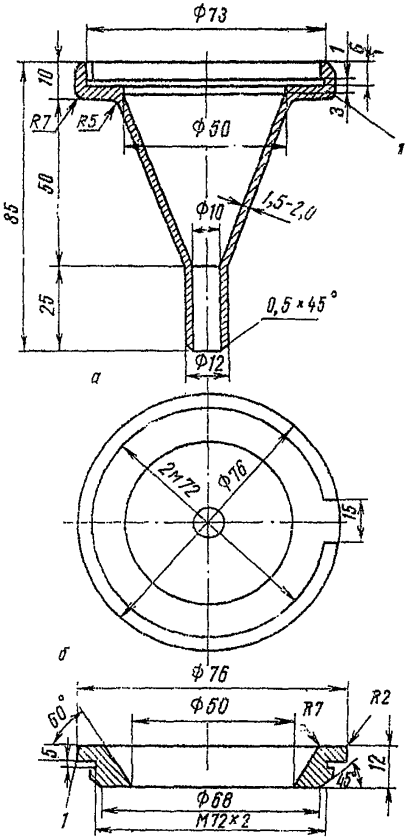


Рис. 1. Аллонж открытый (патрон для фильтра):
а — корпус; *б* — гайка; *1* — накатка

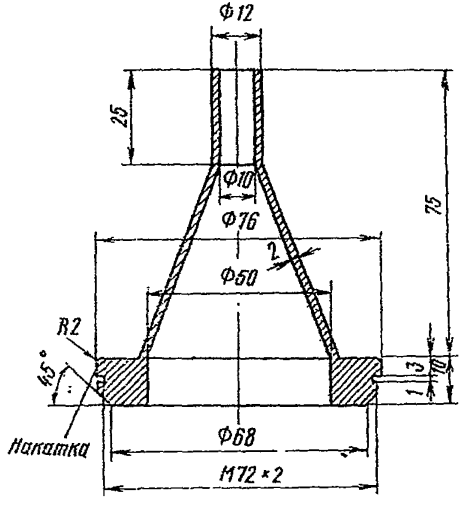


Рис. 2. Крышка закрытого аллонжа

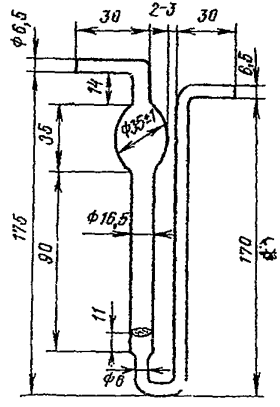


Рис. 3. Поглотительный прибор с пористой пластинкой

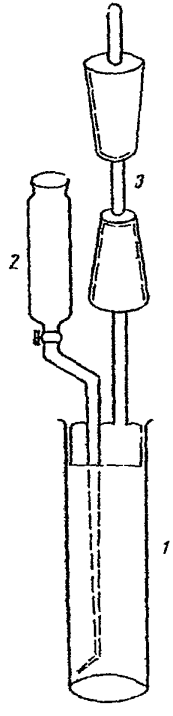


Рис. 4. Прибор для получения мышьяковистого водорода:
1 — пробирка с пришлифованной пробкой;
2 — делительная воронка;
3 — индикаторная трубка Бальской

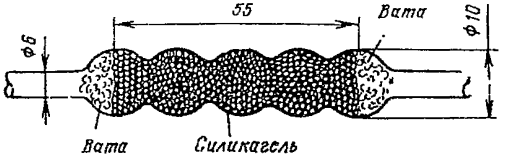


Рис. 5. Трубка стеклянная гофрированная

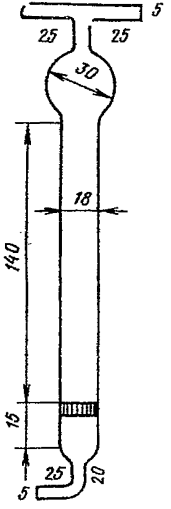


Рис. 6. Поглотительный прибор Яворовской

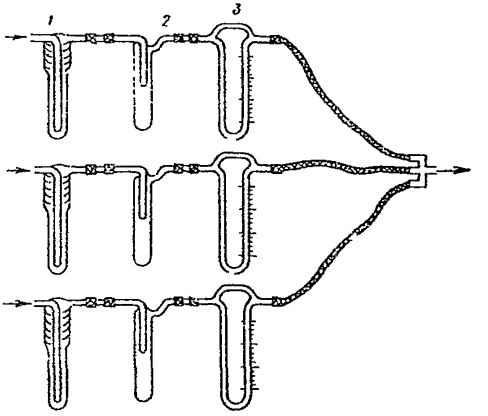


Рис. 7. Схема отбора проб воздуха на тетраэтилсвинец

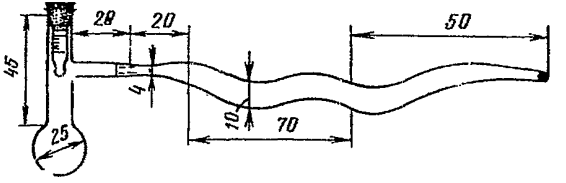


Рис. 8. Микроприбор для перегонки трихлорсилана

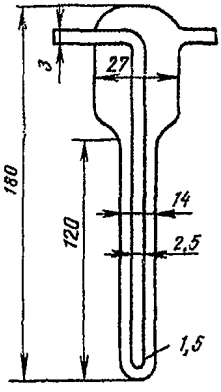


Рис. 9. Поглотительный прибор Зайцева

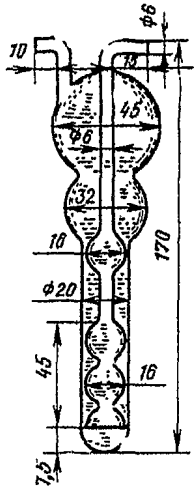


Рис. 10. Поглотительный прибор Рихтера

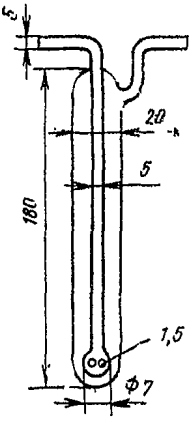


Рис. 11. Поглотительный прибор Петри

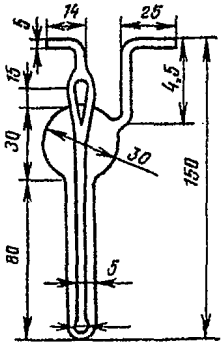


Рис. 12. Поглотительный прибор Полежаева

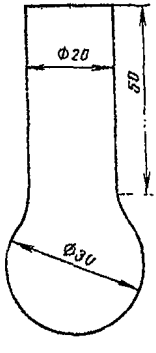


Рис. 13. Колба из тугоплавкого стекла

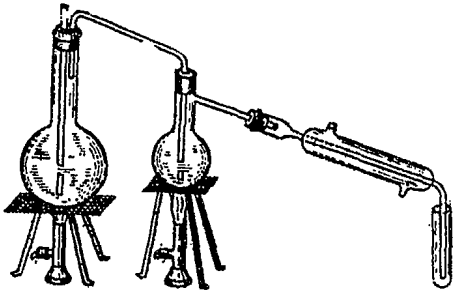


Рис. 14. Прибор для перегонки с водяным паром

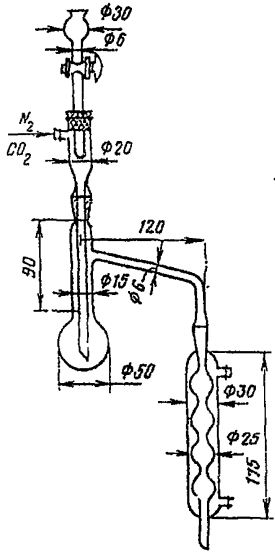


Рис. 15. Прибор для дистилляции

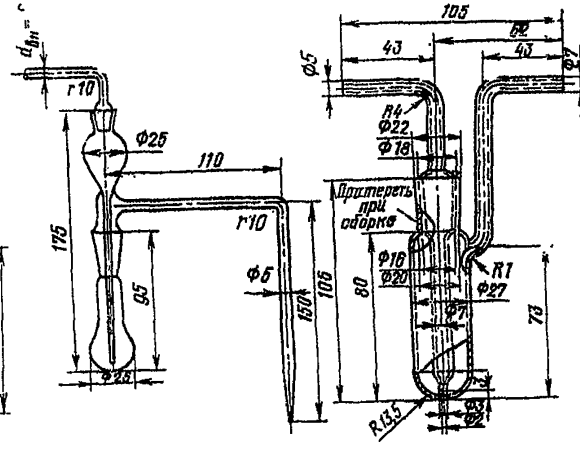


Рис 16. Приборы для разрушения хлорорганических ядохимикатов

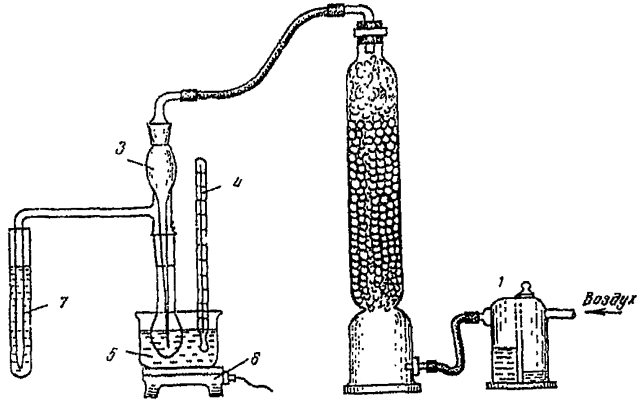


Рис. 17. Установка для определения хлорорганических инсектицидов:
1 — склянка Тищенко с серной кислотой; *2* — поглотитель с натронной известью; *3* — прибор для разрушения хлорорганических инсектицидов; *4* — термометр; *5* — парафиновая баня; *6* — электрическая плитка; *7* — пробирка-приемник

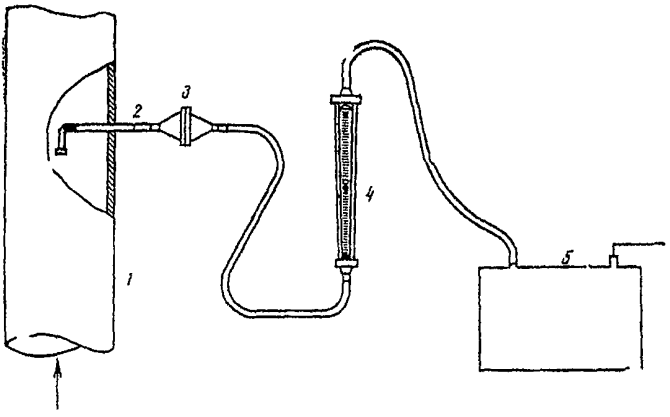


Рис. 18. Схема отбора проб пыли методом внешней фильтрации:
1 — воздуховод; *2* — пылеотборная трубка; *3* — аллонж с фильтром; *4* — ротаметр; *5* — аспиратор

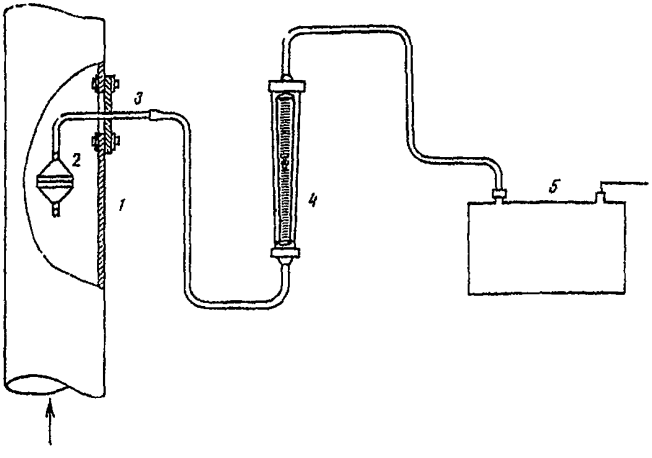


Рис. 19. Схема отбора проб пыли методом внутренней фильтрации:
1 — воздуховод; *2* — аллонж с фильтром; *3* — металлическая трубка; *4* — ротаметр; *5* — аспиратор

Расчет концентрации вредного вещества в воздухе

В соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—76 объем воздуха, аспирированного при отборе проб, приводят к стандартным условиям: температуре 20°С и барометрическому давлению 101,33 кПа (760 мм рт. ст.) по формуле:

$$V_{ст}=V_t\frac{(273+20)P}{(273+t)101,33}=V_tK,$$

где V_t — объем воздуха, измеренный при t°С и давлении 101,33 кПа.

Для упрощения расчетов пользуются коэффициентами K (приложение 3), вычисленными для температур в пределах от 6 до 40°С и давлений от 97,33 до 104,0 кПа (730—780 мм рт. ст.).

В сборниках ТУ, некоторых МУ и во многих практических руководствах по санитарной химии в составе приложений имеются таблицы коэффициентов пересчета объема воздуха к нормальным условиям (0°С и 101,33 кПа).

Численные значения коэффициентов в этих таблицах приведены с точностью до четвертого знака для температур от 5 до 40°С с интервалом в 1° и давлений от 730 до 780 мм рт. ст. с интервалом в 2 мм рт. ст.

Однако нет практической надобности в столь многозначных и слишком подробных таблицах, так как максимальная погрешность четырехзначных коэффициентов составляет всего лишь ±0,006%. Согласно ГОСТ 12.1.005—76 погрешность измерения объема воздуха не должна превышать ±10%, поэтому точность коэффициентов пересчета на уровне ±1% следует считать вполне достаточной.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

Коэффициенты K для приведения объема воздуха к стандартным условиям

t°С	Давление P, кПа/мм рт. ст.					
	97,33/730	98,66/740	100/750	101,33/760	102,7/770	104/780
6	1,009	1,023	1,036	1,050	1,064	1,078
8	1,002	1,015	1,029	1,043	1;560	1,070
10	0,994	1,008	1,022	1,035	1,049	1,063
12	0,987	1,001	1,015	1,028	1,042	1,055
14	0,981	0,994	1,007	1,021	1,034	1,048
16	0,974	0,987	1,001	1,014	1,027	1,040
18	0,967	0,980	0,994	1,007	1,020	1,033
20	0,961	0,974	0,987	1,000	1,013	1,026
22	0,954	0,967	0,980	0,993	1,006	1,019
24	0,948	0,961	0,974	0,987	1,000	1,012
26	0,941	0,954	0,967	0,980	0,993	1,006
28	0,935	0,948	0,961	0,973	0,986	0,999
30	0,929	0,942	0,954	0,967	0,980	0,992
32	0,923	0,935	0,948	0,961	0,973	0,986
34	0,917	0,929	0,942	0,954	0,967	0,979
36	0,911	0,923	0,936	0,948	0,961	0,973
38	0,905	0,917	0,930	0,942	0,955	0,967
40	0,899	0,911	0,924	0,936	0,948	0,961

ΔP	1	2	3	4	5	6	7	8	9
ΔK	1	3	4	5	7	8	9	10	12

Искомый коэффициент K, пользуясь упрощенной таблицей, находят в соответствии со следующей схемой:

$$K = K_{табл} + \Delta K_t + \Delta K_p,$$

где ΔK_t — поправка на температуру;
ΔK_p — поправка на давление.

1. Численное значение давления P, путем исключения единиц, округляют до целого числа, кратного десяти ($P_{табл}$)

$$P = P_{табл} + \Delta P.$$

2. В графе P находят коэффициент, соответствующий заданной температуре. Если цифра °С нечетная, то выписывают значение коэффициента при температуре $t+1$ (ближайшее снизу число) и увеличивают его третий знак на 3 единицы (т. е. прибавляют 0,003).

3. Поправку на ΔP определяют по таблице пропорциональных частей, приведенной (снизу) основной таблицы.

Примеры. Требуется определить коэффициент K для следующих параметров окружающей среды:

№ п/п	t°С	$P_{мм\ рт.ст.}$	$P_{табл} + \Delta P$	$K_{табл} + \Delta K_t$	ΔK_p	K
1	18	750	750+0	0,994+0	0,000	0,994
2	5	788	780+8	1,078+0,003	0,010	1,091
3	23	743	740+3	0,961+0,003	0,004	0,968
4	29	732	730+2	0,929+0,003	0,003	0,935
5	22	781	780+1	1,019+0	0,001	1,020

В первом примере значение искомого коэффициента берется непосредственно из таблицы. В тех случаях, когда цифра t°С нечетна (примеры 2, 3 и 4), выписывают $K_{табл}$, соответствующий $P_{табл}$ и температуре $(t+1)$°С и прибавляют к нему 0,003.

Поправку на излишек единиц ΔP определяют по вспомогательной таблице (их значения вписаны в графу ΔK_p).

Величину коэффициента K определяют как сумму поправок на температуру и давление и $K_{табл}$ (графа K).

В примере 5 ввиду четности цифры t°С поправка на температуру отсутствует.

СОДЕРЖАНИЕ

Методические указания на фотометрическое определение алюминия, окиси алюминия и алюмоникелевого катализатора в воздухе . 3
Методические указания на газохроматографическое определение бериллия в воздухе 5
Методические указания на фотометрическое определение ванадия и его соединений в воздухе 7
Методические указания на фотометрическое определение вольфрама, вольфрамового ангидрида и карбида вольфрама в воздухе 9
Методические указания на колориметрическое определение германия и его соединений в воздухе 11
Методические указания на фотометрическое определение кобальта и его соединений в воздухе 14
Методические указания на фотометрическое определение соединений марганца в воздухе 16
Методические указания на фотометрическое определение меди в воздухе 18
Методические указания на фотометрическое определение молибдена и его соединений в воздухе 20
Методические указания на фотометрическое определение мышьяковистого водорода в воздухе 22
Методические указания на фотометрическое определение мышьяковистого ангидрида и других соединений трехвалентного мышьяка в воздухе 24
Методические указания на колориметрическое определение паров ртути в воздухе 26
Методические указания на фотометрическое определение водорастворимых соединений никеля в воздухе 28
Методические указания на фотометрическое и полярографическое определение селена и селенистого ангидрида в воздухе 30
Методические указания на фотометрическое определение тантала и его соединений в воздухе 32
Методические указания на фотометрическое определение титана и его соединений в воздухе 35
Методические указания на фотометрическое определение тетраэтилсвинца в воздухе 38
Методические указания на фотометрическое определение тория и его соединений в воздухе 40
Методические указания на фотометрическое определение трихлорфенолята меди в воздухе 42
Методические указания на фотометрическое определение трихлорсилана в воздухе 44
Методические указания на фотометрическое определение фосфорного ангидрида в воздухе 46
Методические указания на фотометрическое определение фосфористого водорода в воздухе 47
Методические указания на фотометрическое определение хромового ангидрида и солей хромовой кислоты в воздухе 50
Методические указания на фотометрическое определение цинка и его соединений в воздухе 51
Методические указания на фотометрическое определение циклопентадиенилтрикарбонил марганца в воздухе 54

Методические указания на фотометрическое определение циркония и его соединений в воздухе . . . 56
Методические указания на фотометрическое определение аммиака в воздухе . . . 58
Методические указания на фотометрическое определение двуокиси азота в воздухе . . . 60
Методические указания на фотометрическое определение озона в воздухе . . . 62
Методические указания на хроматографическое определение окиси углерода в воздухе . . . 64
Методические указания на хроматографическое определение окиси углерода с предварительной конверсией ее в метан . . . 66
Методические указания на турбидиметрическое определение аэрозоля серной кислоты в воздухе . . . 69
Методические указания на определение сернистого ангидрида в воздухе 70
Методические указания на фотометрическое определение сероводорода в воздухе . . . 74
Методические указания на фотометрическое определение хлора в воздухе (1-й метод) . . . 76
Методические указания на фотометрическое определение хлора в воздухе (2-й метод) . . . 77
Методические указания на фотометрическое определение брома в воздухе . . . 79
Методические указания на фотометрическое определение йода в воздухе . . . 81
Методические указания на фотометрическое определение хлористого водорода в воздухе . . . 83
Методические указания на фотометрическое определение цианистого водорода в воздухе . . . 84
Методические указания на фотометрическое определения анилина в воздухе . . . 86
Методические указания на фотометрическое определение ацетона в воздухе . . . 88
Методические указания на колориметрическое определение ацетофенона в воздухе . . . 90
Методические указания на раздельное фотометрическое определение бензола, толуола и изомеров ксилола в воздухе . . . 91
Методические указания на фотометрическое определение бензотрихлорида в воздухе . . . 98
Методические указания на фотометрическое определение 1,4-бензохинона в воздухе . . . 100
Методические указания на определение хлористого бензилидена в воздухе . . . 101
Методические указания на фотометрическое определение гексаметилендиизоцианата в воздухе . . . 103
Методические указания на фотометрическое определение гексогена в воздухе . . . 104
Методические указания на колориметрическое определение гексаметилендиамина в воздухе . . . 106
Методические указания на фотометрическое определение гидразина в воздухе . . . 108
Методические указания на суммарное колориметрическое определение кетена и кетена в воздухе . . . 110
Методические указания на фотометрическое определение диметилбензиламина в воздухе . . . 111
Методические указания на колориметрическое определение диметиламина в воздухе . . . 113
Методические указания на фотометрическое определение динитрородан-нзола в воздухе . . . 115
Методические указания на фотометрическое определение динитробензола и динитротолуола в воздухе . . . 116

Методические указания на фотометрическое определение динитроортокрезола в воздухе 118
Методические указания на фотометрическое определение дифенилолпропана в воздухе 120
Методические указания на фотометрическое определение дициклопентадиена в воздухе 122
Методические указания на фотометрическое определение диэтиламина в воздухе 123
Методические указания на фотометрическое определение изопропилбензола в воздухе 125
Методические указания на колориметрическое определение изопропилнитрата в воздухе 127
Методические указания на фотометрическое определение камфоры в воздухе 129
Методические указания на колориметрическое определение капролактама в воздухе 130
Методические указания на фотометрическое определение ксилидина в воздухе 132
Методические указания на фотометрическое определение масляного ангидрида в воздухе 134
Методические указания на фотометрическое определение метилового спирта в воздухе 136
Методические указания на фотометрическое определение метилового эфира акриловой кислоты в воздухе 138
Методические указания на фотометрическое определение метилэтилкетона в воздухе 139
Методические указания на колориметрическое определение метилпропилкетона и метилгексилкетона в воздухе 141
Методические указания на фотометрическое определение α-нафтохинона в воздухе 142
Методические указания на фотометрическое определение нитрофенолов в воздухе 144
Методические указания на фотометрическое определение *П*-нитроанизола в воздухе 145
Методические указания на полярографическое определение нитроциклогексана в воздухе 147
Методические указания на фотометрическое определение нитроциклогексана в воздухе 149
Методические указания на фотометрическое определение окиси этилена в воздухе 150
Методические указания на фотометрическое определение суммы одноосновных карбоновых кислот группы C_1—C_9 в воздухе производственных помещений 153
Методические указания на фотометрическое определение в воздухе органических оснований: пиридина, α- и β-пиколинов 155
Методические указания на фотометрическое определение пропаргилового спирта в воздухе 158
Методические указания на фотометрическое определение содержания паров сероуглерода в воздухе 160
Методические указания на фотометрическое определение сильвана (2-метилфурана) в воздухе 162
Методические указания на фотометрическое определение скипидара в воздухе 164
Методические указания на колориметрическое определение сложных эфиров одноосновных органических кислот в воздухе 165
Методические указания на колориметрическое определение тетрагидрофурана в воздухе 167
Методические указания на фотометрическое определение триметилолпропана (этриола) в воздухе 169

Методические указания на фотометрическое определение триэтоксисилана и этилового эфира ортокремневой кислоты (тетраэтоксисилана) в воздухе . . . 170
Методические указания на фотометрическое определение тринитротолуола в воздухе . . . 172
Методические указания на фотометрическое определение толуидинов (сумма изомеров) в воздухе . . . 174
Методические указания на фотометрическое определение толуилендиизоцианата в воздухе . . . 176
Методические указания на полярографическое определение формальдегида в воздухе . . . 179
Методические указания на фотометрическое определение фосгена в воздухе . . . 183
Методические указания на фотометрическое определение фенилгидразина в воздухе . . . 185
Методические указания на фотометрическое определение фторорганических соединений в воздухе . . . 187
Методические указания на определение фурфурола в воздухе 189
Методические указания на колориметрическое определение хлорпеларгоновой кислоты в воздухе . . . 192
Методические указания на фотометрическое определение хлористого метилена в воздухе . . . 194
Методические указания на колориметрическое определение хлористого бензила в воздухе . . . 196
Методические указания на раздельное фотометрическое определение циклогексанона и циклогексаноноксима в воздухе . . . 198
Методические указания на фотометрическое определение четыреххлористого углерода в воздухе . . . 200
Методические указания на фотометрическое определение эпихлоргидрина в воздухе (1-й метод) . . . 202
Методические указания на фотометрическое определение эпихлоргидрина в воздухе (2-й метод) . . . 203
Методические указания на фотометрическое определение экстралина и монометиланилина в воздухе . . . 205
Методические указания на колориметрическое определение этилендиамина в воздухе . . . 207
Методические указания на фотометрическое определение этиленхлоргидрина в воздухе (1-й метод) . . . 209
Методические указания на фотометрическое определение этиленхлоргидрина в воздухе (2-й метод) . . . 211
Методические указания на фотометрическое определение аммониевой соли 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4-Д) в воздухе . . . 213
Методические указания на газохроматографическое определение метафоса, тиофоса, трихлорметафоса-3, формотиона, фосфамида в воздухе 215
Методические указания на фотометрическое определение мышьяксодержащих инсектицидов в воздухе . . . 217
Методические указания на фотометрическое определение никотина и анабазина в воздухе . . . 219
Методические указания на фотометрическое определение сульфамата в воздухе . . . 222
Методические указания на фотометрическое определение инсектофунгицидов тиофоса, метафоса и метилэтилтиофоса в воздухе . . . 223
Методические указания на фотометрическое определение фосфорорганических инсектицидов в воздухе . . . 226
Методические указания на титрометрическое, фотометрическое и хроматографическое определение хлорорганических ядохимикатов в воздухе . . . 228
Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе и в системах вентиляционных установок . . . 235
Приложение 1 . . . 242
Приложение 2 . . . 248
Приложение 3 . . . —

gost.e-ecolog.ru