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.
№ 1650—77

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА РАЗДЕЛЬНОЕ ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ БЕНЗОЛА, ТОЛУОЛА И ИЗОМЕРОВ (МЕТА-, ОРТО-, ПАРА-) КСИЛОЛА В ВОЗДУХЕ

I. Общая часть

1. Определение основано на реакции нитрования ароматических углеводородов. Образующиеся нитропроизводные экстрагируют толуолом и определяют фотометрически в условиях, различных для каждого вещества.

2. Предел обнаружения в анализируемом объеме составляет: для бензола — 0,5 мкг; толуола — 2,5 мкг; изомеров ксилола — 4,0 мкг.

3. Предел обнаружения в воздухе бензола 0,8 мг/м³, толуола 2,5 мг/м³, изомеров ксилола 12 мг/м³ (расчетная).

4. Определению бензола мешают: хлорбензол, нитробензол, дифенилоксид. Определению толуола мешают этилбензол, нафталин и изопропилбензол. Определению ксилола мешает нафталин.

Определению бензола не мешают: гомологи бензола до 50 мкг, толуола — стирол, ксилол, бензол, ацетон, бутанол, бутилацетат до 25 мкг, ксилола — толуол до 20 мкг и бензол до 400 мкг.

5. Предельно допустимые концентрации в воздухе бензола 5 мг/м³, толуола 50 мг/м³, ксилола 50 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

6. Применяемые реактивы и растворы.

Бензол, ГОСТ 5955—68, ч.д.а.

о-Ксилол, МРТУ 6-09-3887—57, ч.

м-Ксилол, ТУ МХП 3600—53, ч.

п-Ксилол, МРТУ 6-09-3838—67, ч.

Толуол, ГОСТ 5789—69, ч.д.а.

Серная кислота, ГОСТ 4204—66, ч.д.а., плотность 1,83—1,835.

Калий азотнокислый, ГОСТ 4217—65, ч.д.а.

Нитрационная смесь: 10 г калия азотнокислого растворяют в 100 мл серной кислоты (плотность 1,83—1,835).

Нитрационная смесь 2:1, готовят из крепкой нитрационной смеси и ледяной уксусной кислоты.

Уксусная кислота ледяная, ГОСТ 61—75, 10- и 50%-ный растворы.

Стандартный раствор № 1 готовят в мерной колбе вместимостью 25 мл, содержащей 5 мл нитрационной смеси.

Колбу взвешивают, вносят 0,1 мл бензола, вновь взвешивают и оставляют на 10 мин. По разности двух взвешиваний устанавливают количество бензола. Раствор доводят нитрационной смесью до метки и рассчитывают содержание бензола в 1 мл раствора.

Стандартный раствор № 2, содержащий 1000 мкг/мл бензола, готовят в мерной колбе соответствующим разбавлением раствора № 1 нитрационной смесью.

Стандартный раствор № 3 с содержанием 50 мкг/мл бензола. 2 мл стандартного раствора № 2 вносят в пробирку, добавляют 1 мл 10%-ного раствора двухромовокислого калия и помещают в кипящую водяную баню на 30 мин. По охлаждении содержимое пробирки переносят в делительную воронку, смывая стенки пробирки три раза водой по 5 мл. В делительную воронку вносят 40 мл толуола и экстрагируют 4 мин. После расслаивания отделяют водную фазу, а экстракт промывают 5 мл 1%-ного раствора соды. При обесцвечивании раствора соды проводят повторную промывку. После расслаивания удаляют водную фазу, а экстракт переносят в склянку с пришлифованной пробкой. Раствор сохраняется несколько месяцев в темном месте.

Раствор № 4 с содержанием 5 мкг/мл бензола готовят из раствора № 3 разбавлением его в 10 раз толуолом.

Стандартный раствор № 1 готовят в мерной колбе вместимостью 25 мл, содержащей 5 мл нитрационной смеси. Колбу взвешивают, вносят 0,1 мл толуола, вновь взвешивают. По разности двух взвешиваний устанавливают количество толуола. Далее раствор в колбе помещают на кипящую водяную баню на 30 мин, предохраняя от попадания паров воды. По охлаждении раствора его доводят до метки нитрационной смесью, перемешивают и рассчитывают содержание толуола в 1 мл раствора.

Стандартный раствор № 2, содержащий 1000 мкг/мл толуола, готовят разбавлением раствора № 1 нитрационной смесью.

Стандартный раствор № 3 с содержанием 50 мкг/мл. В делительную воронку, содержащую 10—15 мл дистиллированной воды, вносят 1 мл стандартного раствора № 2, 20 мл толуола и экстрагируют 2—3 мин. После расслаивания отделяют водную фазу, а экстракт промывают 5 мл раствора соды три раза. При обесцвечивании раствора соды проводят повторную промывку. После рас-

слаивания удаляют водную фазу, а экстракт переносят в склянку с пришлифованной пробкой. Раствор сохраняется несколько месяцев в темном месте.

Стандартный раствор мета-ксилола № 1 готовят в мерной колбе вместимостью 25 мл, содержащей 5 мл нитрационной смеси 2:1. Колбу взвешивают, вводят 0,1 мл мета-ксилола и повторно взвешивают. Раствор доводят нитрационной смесью до метки и рассчитывают содержание мета-ксилола в 1 мл раствора.

Стандартный раствор № 2, содержащий 1000 мкг/мл мета-ксилола, готовят в мерной колбе разбавлением стандартного раствора № 1 нитрационной смесью 2:1.

Стандартный раствор № 3, содержащий 100 мкг/мл мета-ксилола. 4 мл стандартного раствора № 2 переносят в пробирку и нагревают на кипящей водяной бане 30 мин. По охлаждении содержимое пробирки переносят в делительную воронку с 15 мл воды, добавляют 40 мл толуола и экстрагируют 3 мин. После расслаивания отделяют водную фазу, а экстракт промывают 5 мл 1%-ного раствора соды. При обесцвечивании раствора соды проводят повторную промывку. После расслаивания удаляют водную фазу, а экстракт переносят в склянку с пришлифованной пробкой.

Стандартный раствор № 4, содержащий 10 мкг/мл мета-ксилола, готовят *разбавлением в 10 раз стандартного раствора № 3 толуолом.*

Стандартные растворы № 1 орто- и пара-ксилолов готовят способом, описанным для мета-ксилола, применяя крепкую нитрационную смесь.

Стандартные растворы № 2 орто- и пара-ксилолов с содержанием 1000 мкг/мл готовят разбавлением стандартных растворов № 1 крепкой нитрационной смесью.

Стандартные растворы № 3 орто- и пара-ксилолов с содержанием 200 мкг/мл готовят следующим образом: 4 мл стандартных растворов № 2 вносят в пробирки и помещают в кипящую водяную баню на 30 мин. По охлаждении по 2 мл каждого раствора в отдельности переносят в делительные воронки с 20 мл воды и экстрагируют 10 мл толуола. После расслаивания отделяют водную фазу, а экстракт промывают раствором соды, как указано на мета-ксилол, и переносят в склянку с пришлифованной пробкой.

Стандартный раствор № 4, содержащий по 100 мкг/мл орто- и пара-ксилолов, готовят путем смешивания по 5 мл стандартных растворов № 3.

Стандартный раствор № 5, содержащий по 10 мкг/мл орто- и пара-ксилолов, готовят разбавлением стандартного раствора № 4 толуолом в 10 раз.

Стандартные растворы нитропроизводных в толуоле устойчивы в течение нескольких месяцев при хранении в склянках с пришлифованными пробками и в темном месте. Рекомендуется стандартные растворы и поглотительные растворы готовить из одной и той же нитрационной смеси.

Калий двухромовокислый, ГОСТ 4220—65, 10%-ный раствор.

Натрий углекислый, ГОСТ 83—63, 1%-ный раствор подкрашен фенолфталеином, применяется для промывки кислых экстрактов.

Натр едкий, ч.д.а., ГОСТ 4328—66, 40%-ный и 0,1 н. растворы.

Аммиак, ГОСТ 3760—64, 10%-ный раствор.

Соляная кислота, ГОСТ 3118—67, 0,1 н. и 10%-ный растворы.

Ортофосфорная кислота, ГОСТ 6552—58, ч.д.а.

Натрий тетраборнокислый 10-водный, ГОСТ 4199—66, х.ч., 0,1 н. раствор.

Боратно-щелочной проявляющий реактив: 3 мл 0,1 н. раствора буры и 7 мл 0,1 н. раствора едкого натра вносят в мерную колбу вместимостью 50 мл и доводят водой объем раствора до метки. Реактив годен в течение двух месяцев.

Иод, ГОСТ 4159—65 ч.д.а, 0,1 и 0,01 н. растворы.

Натрий серноватистокислый, 5-водный, ГОСТ 4215—66, 0,1 н. раствор.

Аммоний сернистый, ГОСТ 3767—56, ч.д.а, раствор 1:50. В пробирку вносят 5 мл воды и 0,1 мл раствора сульфида аммония, перемешивают и закрывают пробкой. Реактив годен 5 дней. При отсутствии сульфида аммония его можно получить из сульфида натрия. 0,5 г сульфида натрия растворяют в 20 мл воды и добавляют 2 мл 10%-ного раствора соляной кислоты. Перемешивают и вносят 1 мл 10%-ного раствора аммиака до щелочной реакции (pH 9—10 по универсальной индикаторной бумажке). После растворения выделившейся серы (нагревание ускоряет растворение) проверяют активность реакти-

ва. В две колориметрические пробирки вводят по 1 мл стандартного раствора орто- и пара-ксилолов и по 9 мл ацетона. В одну пробирку вводят 0,15 мл, а в другую 0,25 мл реактива и через 2 мин по 1 мл 10%-ного раствора уксусной кислоты. Желтая окраска в пробирках должна быть интенсивная и одинаковая.

Натрий сернистый, 9-водный, ГОСТ 2053—66, ч.д.а.

Спирт этиловый, ректификат, ГОСТ 5963—67.

Эфир этиловый, ГОСТ 6265—52.

Спирто-эфирная смесь 2:1.

Ацетон, ГОСТ 2603—71, х.ч., не должен содержать кислых примесей. 0,5 мл ацетона помещают в делительную воронку и обрабатывают 50 мл 40%-ного раствора едкого натра. После расслаивания ацетон фильтруют и перегоняют.

7. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство.

Поглотительные приборы Зайцева (см. рис. 9).

Колбы мерные, ГОСТ 1770—74, вместимостью 25 мл.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770—74, на 25, 50 и 100 мл.

Пипетки градуированные, ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл с делениями на 0,1 и 0,01 мл.

Воронки делительные на 50 и 100 мл.

Пробирки колориметрические плоскодонные из бесцветного стекла с пришлифованными пробками высотой 120 мм, внутренним диаметром 15 мм.

Фотоэлектроколориметр.

III. Отбор пробы воздуха

8. Воздух со скоростью 0,4 л/мин аспирируют через поглотительный прибор, заполненный 6 мл крепкой нитрационной смеси. Для определения $^1/_2$ ПДК необходимо отобрать не менее 2 л воздуха.

IV. Описание определения

9. После отбора пробы воздуха необходимо 1 мл поглотительного раствора перенести в пробирку с пришлифованной пробкой и добавить 1 мл ледяной уксусной или ортофосфорной кислоты (консервант), тщательно перемешать. Эта часть поглотительного раствора исследуется на содержание метаксилола и может храниться три дня; остальная часть используется для определения бензола (2 мл), толуола, орто- и пара-ксилола (3 мл).

А. Определение бензола

2 мл пробы из поглотительного прибора вносят в пробирку, прибавляют 1 мл 10%-ного раствора бихромата калия, тщательно перемешивают и помещают в кипящую водяную баню на 30 мин. Если при этом раствор принимает зеленый цвет (восстановление бихромата калия), необходимо добавить 100—200 мг бихромата калия и продолжить нагревание.

По охлаждении содержимое пробирки переносят в делительную воронку и промывают пробирку дистиллированной водой три раза по 5 мл, добавляют 2 мл толуола и экстрагируют 2 мин. После расслаивания удаляют водную фазу, а экстракт промывают 5 мл 1%-ного раствора соды. При обесцвечивании раствора соды проводят повторную промывку до исчезающей окраски раствора.

Небольшая мутность экстракта не влияет на результат анализа. 1 мл толуольного экстракта вносят в пробирку, добавляют 9 мл ацетона, 0,5 мл 0,1 н. раствора едкого натра, тщательно перемешивают. Через 20 мин (выдержать время точно!) вносят 0,05 мл 10%-ного раствора уксусной кислоты для стабилизации окраски и устранения мутности раствора. Затем фотометрируют пробы при длине волны 540 нм в кювете 20 мм по сравнению с контролем, приготовленным одновременно и аналогично пробам. Содержание бензола в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно табл. 44.

Таблица 44

Шкала стандартов

№ стандарта	Стандартный раствор бензола № 4, мл	Стандартный раствор бензола № 3, мл	Толуол, мл	Содержание бензола, мкг
1	0	—	1,0	0
2	0,1	—	0,9	0,5
3	0,2	—	0,8	1,0
4	0,5	—	0,5	2,5
5	1,0	—	—	5,0
6	—	0,2	0,8	10,0
7	—	0,5	0,5	25,0
8	—	1,0	—	50,0

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность и строят график.

Б. Определение толуола, орто- и пара-ксилолов

Поглотительный прибор с оставшимися 3 мл пробы помещают в кипящую водяную баню на 30 мин, присоединив к двум концам прибора стеклянные трубки длиной 10 см.

По охлаждении содержимое поглотительного прибора переносят в делительную воронку с 5 мл воды. Поглотительный прибор промывают дистиллированной водой три раза по 5 мл, сливая в ту же воронку. По охлаждении раствора в делительную воронку вносят 3 мл толуола и экстрагируют 3 мин. После расслаивания удаляют водную фазу, а экстракт промывают 5 мл 1%-ного раствора соды. При обесцвечивании раствора соды проводят повторную промывку до неисчезающей окраски раствора. После расслаивания удаляют водную фазу, а экстракт, содержащий орто-, пара-ксилолы и толуол, переносят в пробирку с пришлифованной пробкой. Для определения толуола берут 1 и 0,1 мл экстракта, последнюю доводят до 1 мл толуолом, добавляют 10 мл ацетона, 2 мл воды и 1 мл боратно-щелочного реактива, тщательно перемешивают. Через 5 мин вносят 0,05—0,1 мл раствора уксусной кислоты 1:1, 1 мл 0,1 н. раствора соляной кислоты и перемешивают. Через 10 мин фотометрируют при длине волны 490 нм в кюветах с толщиной слоя 20 мм по сравнению с контролем, приготовленным одновременно и аналогично пробам. Окраска устойчива 30 мин. Содержание толуола определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно табл. 45.

Таблица 45

Шкала стандартов

№ стандарта	Стандартный раствор № 3, мл	Толуол, мл	Содержание толуола, мкг
1	0	1,0	0
2	0,05	0,95	2,5
3	0,1	0,9	5,0
4	0,2	0,8	10,0
5	0,4	0,6	20,0
6	0,6	0,4	30,0
7	0,8	0,2	40,0
8	1,0	—	50,0

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность и строят график. Шкалой стандартов можно пользоваться для визуального определения, ее готовят в колориметрических пробирках одновременно с пробами.

Концентрацию толуола в мг/м³ воздуха X вычисляют по формуле (1).

Для определения орто- и пара-ксилолов берут из оставшихся 2 мл экстракта 1 мл и 0,1 мл, последнюю доводят до 1 мл толуолом, добавляют 9 мл ацетона, 0,2 мл раствора сульфида аммония и тщательно перемешивают. Через 2—3 мин добавляют по 1 мл 10%-ного раствора уксусной кислоты и фотометрируют окрашенные в желтый цвет растворы при длине волны 400 нм в кюветах с толщиной слоя 20 мм. Окраска устойчива 15—20 мин. Содержание орто- и пара-ксилолов определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно табл. 46.

Таблица 46

Шкала стандартов

№ стандарта	Стандартный раствор № 5, мл	Стандартный раствор № 4, мл	Толуол, мл	Содержание орто- и пара-ксилолов, мкг
1	—	—	1,0	0
2	0,2	—	0,8	4,0
3	0,5	—	0,5	10,0
4	1,0	—	—	20,0
5	—	0,2	0,8	40,0
6	—	0,3	0,7	60,0
7	—	0,4	0,6	80,0
8	—	0,5	0,5	100,0

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность и строят график. Шкалой стандартов можно пользоваться для визуального определения, ее готовят в колориметрических пробирках одновременно с пробами.

Концентрацию орто- и пара-ксилолов в мг/м³ воздуха X вычисляют по формуле (2).

В. Определение мета-ксилола

В поглотительный раствор с консервантом, исследуемый на содержание мета-ксилола, вносят 1 мл крепкой нитрационной смеси и нагревают на кипящей водяной бане 30 мин. По охлаждении раствор переносят в делительную воронку с 5 мл воды и стенки пробирки смывают дистиллированной водой три раза по 5 мл, сливая в ту же воронку. В делительную воронку вносят 2 мл толуола и экстрагируют 2 мин. После расслаивания удаляют водную фазу, а экстракт промывают 5 мл 2%-ного раствора соды. При обесцвечивании раствора соды проводят повторную промывку до неисчезающей окраски раствора. Отделив водный слой, экстракт переносят в пробирку с пришлифованной пробкой. 1 мл экстракта вносят в пробирку, добавляют 9 мл спирто-эфирной смеси (2:1) и 1 мл 0,1 н. раствора едкого натра. После добавления каждого реактива содержимое пробирок перемешивают. Фотометрируют сине-зеленую окраску при длине волны 400 нм в кюветах с толщиной слоя 20 мм по сравнению с контролем, приготовленным одновременно и аналогично пробам. Окраска устойчива 15—20 мин.

Содержание мета-ксилола определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно табл. 47.

Таблица 47

Шкала стандартов

№ стандарта	Стандартный раствор мета-ксилола № 4, мл	Стандартный раствор мета-ксилола № 3, мл	Толуол, мл	Содержание мета-ксилола мкг
1	0	—	1,0	0
2	0,4	—	0,6	4,0
3	1,0	—	—	10,0
4	—	0,2	0,8	20,0
5	—	0,4	0,6	40,0
6	—	0,6	0,4	60,0
7	—	0,8	0,2	80,0
8	—	1,0	—	100,0

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность и строят график.

Концентрацию мета-ксилола в мг/м³ воздуха X вычисляют по формуле (1).

Формулы расчета

$$X = \frac{GV_1V_2}{VV_3V_{20}}; \quad (1)$$

$$X = \frac{(G-G_1)V_1V_2}{VV_3V_{20}}, \quad (2)$$

где X — концентрация вещества, мг/м³;

G — количество вещества в определяемом объеме, мкг;

G_1 — поправка на толуол, которая определяется следующим образом: на каждые обнаруженные 100 мкг толуола из результатов определения суммы *о-* и *п*-ксилолов следует вычесть 3,4 мкг. Пример расчета *о* и *п*-ксилолов. При анализе на толуол в 1 мл экстракта было обнаружено 150 мкг толуола. Следовательно, будет равна 3,4×1,5=5,1 мкг. Это количество и надо вычесть из найденного количества суммы *о-* и *п*-ксилолов;

V_1 — объем толуола, взятый для экстрагирования всей пробы, мл;

V_2 — общий объем пробы в поглотительном приборе, мл;

V — объем экстракта, взятый для анализа мл;

V_3 — объем пробы, взятый для определения, мл;

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

Примечания: 1. При помутнении растворов в пробирки можно внести несколько капель воды.

2. Если при определении мета-ксилола окраска имеет нехарактерный оттенок, свидетельствующий о большом избытке в растворе тринитротолуола и тринитроортоксилола, то в пробирки с пробами и в шкалу вводят по 1 мл 0,01 н. раствора иода, хорошо перемешивают и через 2 мин добавляют по 1 мл 0,1 н. раствора гипосульфита. Образовавшуюся розовую окраску, соответствующую мета-ксилолу, фотометрируют на ФЭКе при зеленом светофильтре λ=500—550 нм. Желтая окраска конечных растворов свидетельствует об отсутствии в пробирках мета-ксилола.

3. В случае отсутствия в пробе толуола концентрацию суммы *о-* и *п*-ксилолов в мг/м³ вычислять по формуле (1).

4. При определении толуола вводят 0,1 н. раствор соляной кислоты для устранения влияния мешающих примесей.

5. При осуществлении метода весьма важны чистота реактивов и посуды, тщательность отмеривания и перемешивания реактивов.

6. Наличие кислых загрязнений препятствует проявлению окраски бензола, а наличие воды в толуольно-ацетоновых растворах динитробензола замедляет образование окраски в случае проявления слабыми растворами щелочей.

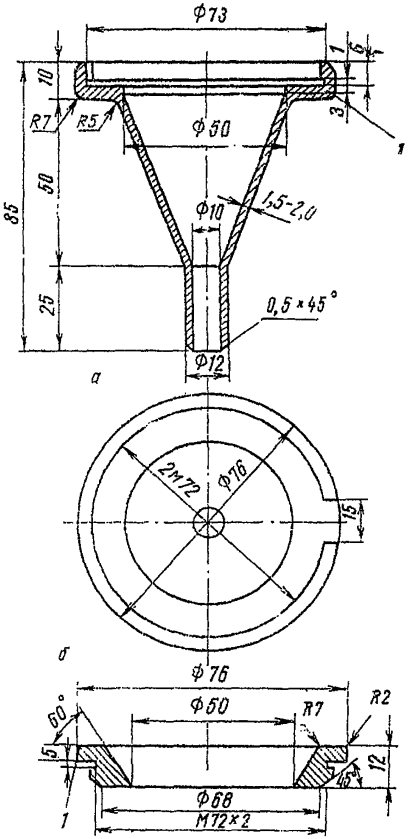


Рис. 1. Аллонж открытый (патрон для фильтра):
а — корпус; *б* — гайка; *1* — накатка

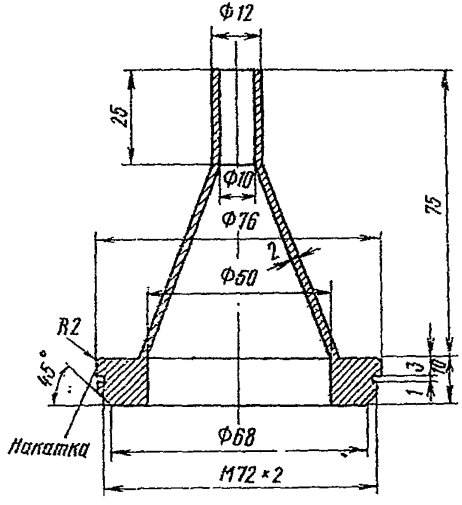


Рис. 2. Крышка закрытого аллонжа

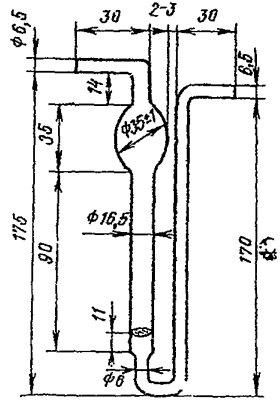


Рис. 3. Поглотительный прибор с пористой пластинкой

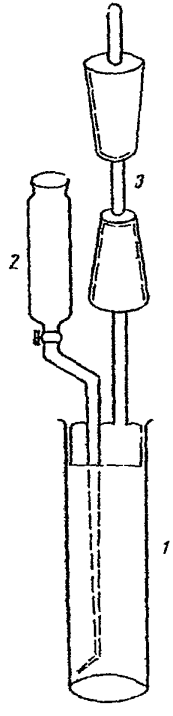


Рис. 4. Прибор для получения мышьяковистого водорода:
1 — пробирка с пришлифованной пробкой;
2 — делительная воронка;
3 — индикаторная трубка Бальской

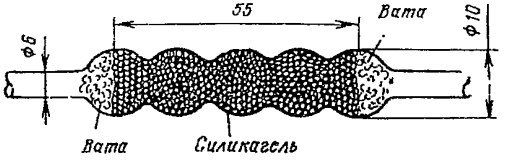


Рис. 5. Трубка стеклянная гофрированная

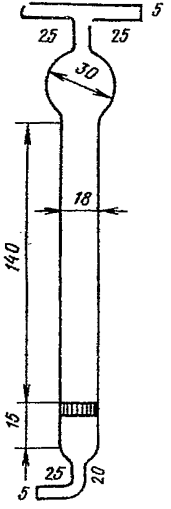


Рис. 6. Поглотительный прибор Яворовской

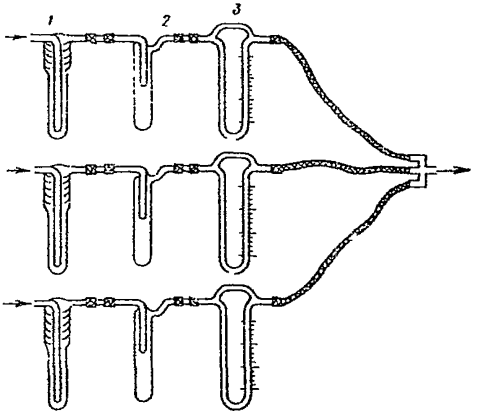


Рис. 7. Схема отбора проб воздуха на тетраэтилсвинец

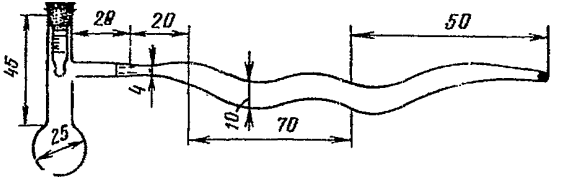


Рис. 8. Микроприбор для перегонки трихлорсилана

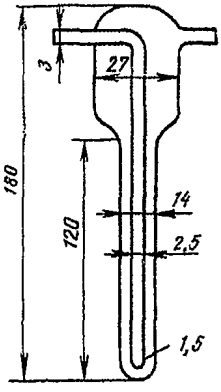


Рис. 9. Поглотительный прибор Зайцева

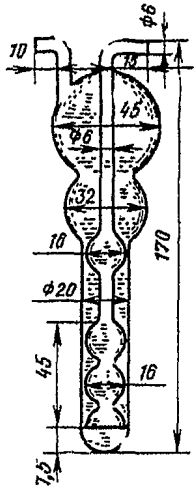


Рис. 10. Поглотительный прибор Рихтера

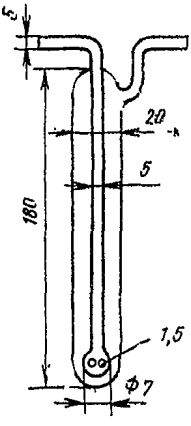


Рис. 11. Поглотительный прибор Петри

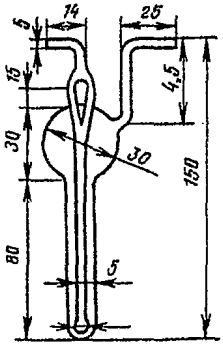


Рис. 12. Поглотительный прибор Полежаева

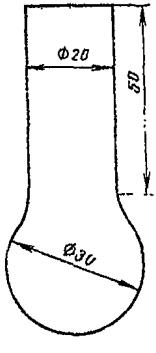


Рис. 13. Колба из тугоплавкого стекла

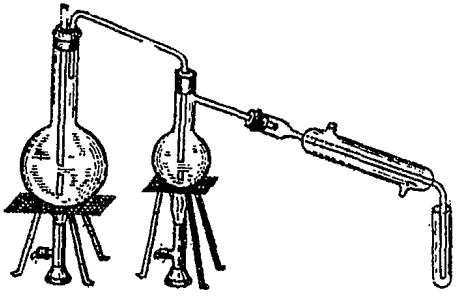


Рис. 14. Прибор для перегонки с водяным паром

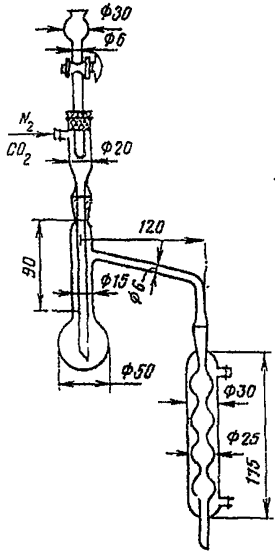


Рис. 15. Прибор для дистилляции

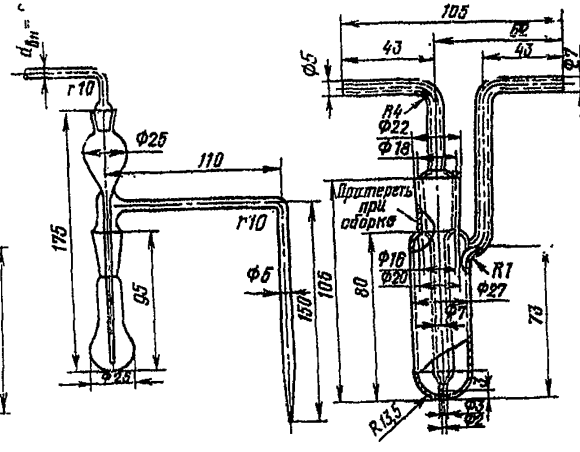


Рис 16. Приборы для разрушения хлорорганических ядохимикатов

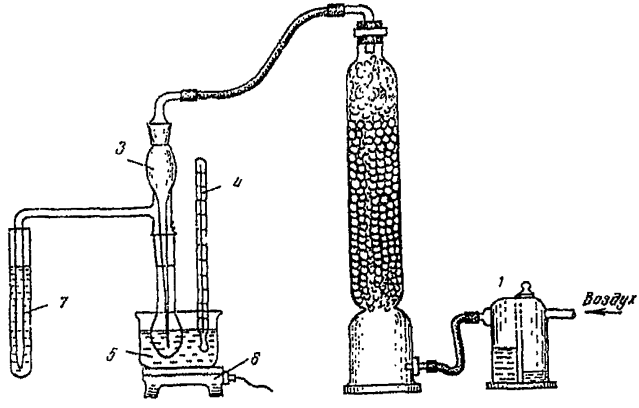


Рис. 17. Установка для определения хлорорганических инсектицидов:
1 — склянка Тищенко с серной кислотой; *2* — поглотитель с натронной известью; *3* — прибор для разрушения хлорорганических инсектицидов; *4* — термометр; *5* — парафиновая баня; *6* — электрическая плитка; *7* — пробирка-приемник

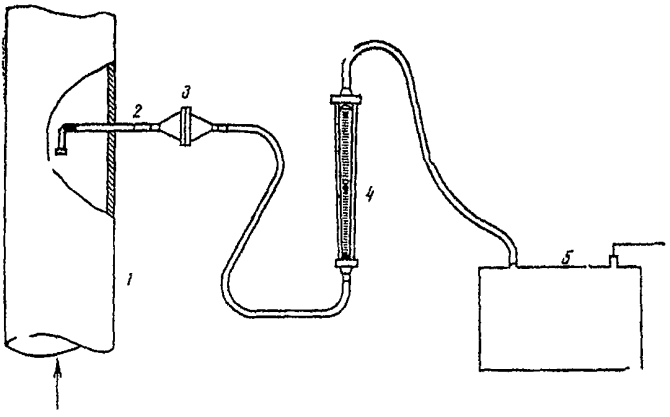


Рис. 18. Схема отбора проб пыли методом внешней фильтрации:
1 — воздуховод; *2* — пылеотборная трубка; *3* — аллонж с фильтром; *4* — ротаметр; *5* — аспиратор

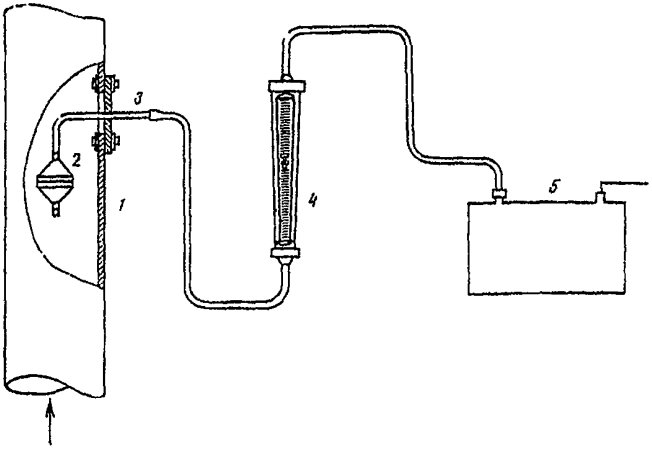


Рис. 19. Схема отбора проб пыли методом внутренней фильтрации:
1 — воздуховод; *2* — аллонж с фильтром; *3* — металлическая трубка; *4* — ротаметр; *5* — аспиратор

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