

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ
ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ**

(переработанные технические условия, выпуск 8)

Москва – 1983 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ**

/переработанные технические условия выпуск, 8/

Москва - 1983 г.

Сборник Методических указаний составлен на основе ранее опубликованного 8 выпуска технических условий. Включенные в сборник методики переработаны в соответствии с требованиями ГОСТ'а 12.1.005-76. Некоторые устаревшие методики заменены новыми.

Настоящие Методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле и имеют ту же юридическую силу, что и Технические условия.

Редакционная коллегия: Р.Н.Македонская, С.И.Муравьева
Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

СОДЕРЖАНИЕ

стр.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций азотистого натрия в воздухе ..	4
2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аллилуйских соединений в воздухе	8
3. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аминазина в воздухе	19
4. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 5-амино-8-оксо-3,7-дигидро-1,4-нафтохинолина в воздухе	17
5. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций антрацена в воздухе	21
6. Методические указания по измерению концентраций бромистого металла в воздухе	25
7. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилбутилового эфира в воздухе .	29
8. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 1,2-дигидропропана в воздухе . . .	33
9. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диметилацетамида в воздухе	37
10. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций о-дихлорбензола и п-дихлорбензола в воздухе	41
11. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 2,3-дихлор-1,4-нафтохинона в воздухе	46
12. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диэтилхлорфосфата в воздухе . .	50
13. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций изопропилхлорформата /изопропилкарбоната/ в воздухе	55

14. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций кадмия в воздухе	60
15. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций метилнитрофоса в воздухе	64
16. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 4-метиламино-1-оксияэтиламино-антрахинона в воздухе	68
17. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нитрометана в воздухе	71
18. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-оксиdifениламина в воздухе	75
19. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций перхлорэтилмеркаптана в воздухе	78
20. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций симазина, пропазина и антразина в воздухе	82
21. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций симазина в воздухе	86
22. Методические указания по полярографическому измерению концентраций сурьмы в воздухе	90
23. Методические указания по полярографическому измерению концентраций пятихлористой сурьмы в воздухе	97
24. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций толуола, бутилацетата и бутанола спирта в воздухе	102
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций треххлористой и треххлористой сурьмы в воздухе	107
26. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций трихлорэтилена, тетрахлорэтана и тетрабромэтана в воздухе	111
27. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций трихлорэтилена и тетрахлорэтилена /перхлорэтилена/ в воздухе	117

28. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций тетрахлорэтилена /перхлорэтилена/ в воздухе	121
29. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций трикрезилфосфата и триоксении-фосфата в воздухе	126
30. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций трихлорбензола в воздухе	131
31. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций солянокислого п-фенидина в воздухе	135
32. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3-хлор-1-бромпропана и 2-хлорэтаносульфохлорида в воздухе	139
33. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций м-хлорфенилизоцианата и п-хлорфенилизоцианата в воздухе	145
34. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-хлоранилина и м-хлоранилина в воздухе	149
35. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций хлорбензола и бромбензола в воздухе	153
36. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций хлорангидрида трихлоруксусной кислоты в воздухе	158
37. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций цианурхлорида /хлористого цианура/ в воздухе	162
Приложение 1. Приведение объема воздуха к стандартным условиям	167
Приложение 2. Таблица коэффициентов для различных температур и давления	168
Приложение 3. Список институтов, представивших методики	169

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

 А. Н. ЗАЙЧЕНКО

" 22 " апреля 1983 г.

№ 2770 - 13

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
ТРИКРЕЗИЛФОСФАТА И ТРИКСИЛЕНИЛФОСФАТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Трикрезилфосфат

M = 368,36

 $[\text{C}_6\text{H}_4/\text{C}_6\text{H}_5]_3\text{PO}$ Легкость. Плотность 1,7-1,2 при 20°. T_{кип} 280-290°.

Легко растворяется в эфире, этиловом спирте, бензоле. Нерастворим в воде.

Триксиленилфосфат

M = 410,45

 $[\text{C}_6\text{H}_4/2\text{C}_6\text{H}_3]_3\text{PO}$ Легкость. Плотность 1,12-1,17, T_{кип} 270-350°. Легко растворяется в масле, эфире, не растворяется в воде.

I. Характеристика метода

Определение основано на разрушении трикрезил- и триксиленилфосфата азотной и серной кислотами в присутствии марганцево-кислого калия. Образовавшаяся фосфорная кислота определяется по олоному фосформоллюбеновому комплексу.

Сбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Предел измерения трикрезилфосфата 12 мкг, триксиленилфосфата 13 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе $0,05 \text{ мг/м}^3$ /при отборе 250 л/ и трикрезилфосфата и $0,5 \text{ мг/м}^3$ /при отборе 25 л/ для триксиленилфосфата.

Диапазон измеряемых концентраций $0,05\text{--}0,5 \text{ мг/м}^3$ /для трикрезилфосфата/ и $0,5\text{--}5,0 \text{ мг/м}^3$ /для триксиленилфосфата/.

Определению мешают другие фосфорорганические соединения.

Граница суммарной погрешности измерения в воздухе не превышает $\pm 25\%$.

Предельно допустимая концентрация трикрезилфосфата в воздухе $0,1 \text{ мг/м}^3$, триксиленилфосфата $1,5 \text{ мг/м}^3$.

2. Реактивы и растворы

Калий фосфорнокислый, однозамещенный, х.ч.; ГОСТ 4198-75.

Основной раствор, содержащий 100 мкг/мл фосфора, готовят растворением 0,044 г KH_2PO_4 в мерной колбе на 100 мл в дистиллированной воде, подкисленной несколькими каплями серной кислоты.

Стандартный раствор, содержащий 10 мкг/мл, готовят соответствующим разбавлением основного раствора. Основной раствор устойчив 2-3 недели, стандартный раствор - в течение нескольких дней.

Аммоний молибденовокислый, х.ч., ГОСТ 3765-77, 0,02 М раствор в 10 Н серной кислоте.

Кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77, пл. 1,84 и 10 Н.

Гидразин сернокислый, ч.д.а., ГОСТ 5841-74, 0,13% раствор.

Кислота азотная, х.ч., ГОСТ 4461-77, плотн. 1,34-1,36 и разведенная 1:3.

Калий марганцевокислый, перекристаллизованный, х.ч., ГОСТ 10-75.

Эфир медицинский для наркоза, ГОСТ 6265-52.

Окислительная смесь. Растворяют 0,5 г растертого в порошок $KMnO_4$ в 10 мл концентрированной серной кислоты. Реактив - гранулы в склянке с притертой пробкой, годен 5 дней.

3. Приборы и посуда.

Фотоколориметр или спектрофотометр

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Фильтры АФА-ХА или бумажные беззоlessly "синяя лента"

Пробирки колориметрические, высотой 120 мм и внутри ним диаметром 15 мм

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 100 мл

Колба из тугоплавкого стекла, вместимостью 20 мл

Пипетка, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл

Баня водная.

Баня парафиновая.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

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

Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 250 л воздуха в течение 15 минут /для трикрезилфосфата/ и 15-17 л в течение 1-2 минут /для триксиленилфосфата/.

Условия анализа

Фильтр промывают 20-25 мл эфира. Эфирный раствор выливают в колбу из тугоплавкого стекла и выпаривают досуха на водяной бане.

при $t=35^{\circ}$. К сухому остатку прибавляют 5 мл концентрированной азотной кислоты и 0,1 мл окислительного смеси, осторожно перемешивают и помещают в парафиновую баню, температуру бани медленно повышают до $175-180^{\circ}$. Нагревание продолжают до полного удаления паров азотной кислоты. Оставшийся раствор выпаривают досуха на электроплитке.

По охлаждении остаток в колбе растворяют в 7 мл дистиллированной воды. 7 мл пробы переносят в колориметрическую пробирку, прибавляют 1 мл молибденовокислого аммония, перемешивают и нагревают 10 минут на водяной бане. По охлаждении раствора прибавляют 1,6 мл сернокислого гидразина, перемешивают, нагревают 15 минут на кипящей водяной бане, охлаждают и фотометрируют при длине волны 660 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм.

Содержание трикрезилфосфата и триксиленилфосфаты определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов, согласно таблице 26.

Таблица 26 .

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор, содержащий 10 мкг/мл, мл	Вода, мл	Содержание фосфора, мкг
1	0	7,0	0
2	0,1	6,9	1
3	0,2	6,8	2
4	0,4	6,6	4
5	0,6	6,4	6
6	0,8	6,2	8
7	1,0	6,0	10

Шкалу стандартов обрабатывают аналогично пробам.

Концентрацию трикрезилфосфата или триоксиметилфосфата в мг/м³ воздуха /X/ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m \cdot V}{V \cdot V_0} \cdot K, \text{ где}$$

m - количество фосфора, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V - общий объем пробы, мл;

V' - объем пробы, взятый для анализа, мл;

V_0 - объем воздуха /л/, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле /см. приложение /;

K - коэффициент пересчета фосфора на трикрезилфосфат 11,9, на триоксиметилфосфат 13,2.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

- 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, °C.

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

КОЭФФИЦИЕНТЫ

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура $+20^{\circ}\text{C}$
и атмосферное давление 101,35 кПа /760 мм рт.ст./

$^{\circ}\text{C}$	Давление P, кПа										
	97,33	97,86	98,40	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
-30	1.1582	1.1646	1.1709	1.1772	1.1836	1.1899	1.1963	1.2026	1.2058	1.2122	1.2185
-26	1.1393	1.1456	1.1519	1.1581	1.1644	1.1705	1.1768	1.1831	1.1862	1.1925	1.1986
-22	1.1212	1.1274	1.1336	1.1396	1.1458	1.1519	1.1581	1.1643	1.1673	1.1735	1.1795
-18	1.1036	1.1097	1.1158	1.1218	1.1278	1.1338	1.1399	1.1460	1.1490	1.1551	1.1611
-14	1.0866	1.0926	1.0986	1.1045	1.1105	1.1164	1.1224	1.1284	1.1313	1.1373	1.1432
-10	1.0701	1.0760	1.0819	1.0877	1.0936	1.0994	1.1053	1.1112	1.1141	1.1200	1.1258
-6	1.0540	1.0599	1.0657	1.0714	1.0772	1.0829	1.0887	1.0945	1.0974	1.1032	1.1089
-2	1.0385	1.0442	1.0499	1.0556	1.0613	1.0669	1.0726	1.0784	1.0812	1.0869	1.0925
0	1.0309	1.0366	1.0423	1.0477	1.0535	1.0591	1.0648	1.0705	1.0733	1.0789	1.0846
+2	1.0234	1.0291	1.0347	1.0402	1.0459	1.0514	1.0571	1.0627	1.0655	1.0712	1.0767
+6	1.0087	1.0143	1.0198	1.0253	1.0309	1.0363	1.0419	1.0475	1.0502	1.0557	1.0612
+10	0.9944	0.9999	1.0054	1.0108	1.0162	1.0216	1.0272	1.0326	1.0353	1.0407	1.0462
+14	0.9806	0.9860	0.9914	0.9967	1.0027	1.0074	1.0128	1.0183	1.0209	1.0263	1.0316
+18	0.9671	0.9725	0.9778	0.9830	0.9884	0.9936	0.9989	1.0043	1.0069	1.0122	1.0175
+20	0.9605	0.9658	0.9711	0.9763	0.9816	0.9868	0.9921	0.9974	1.0000	1.0053	1.0105
+22	0.9539	0.9592	0.9645	0.9696	0.9749	0.9800	0.9852	0.9906	0.9932	0.9985	1.0036
+24	0.9475	0.9527	0.9579	0.9631	0.9683	0.9735	0.9787	0.9839	0.9865	0.9917	0.9968
+26	0.9412	0.9464	0.9516	0.9566	0.9618	0.9669	0.9721	0.9773	0.9799	0.9851	0.9902
+28	0.9349	0.9401	0.9453	0.9503	0.9555	0.9605	0.9657	0.9708	0.9734	0.9785	0.9836
+30	0.9288	0.9339	0.9391	0.9440	0.9492	0.9542	0.9594	0.9645	0.9670	0.9723	0.9772
+34	0.9167	0.9218	0.9268	0.9318	0.9368	0.9418	0.9468	0.9519	0.9544	0.9595	0.9644
+38	0.9049	0.9099	0.9149	0.9198	0.9248	0.9297	0.9347	0.9397	0.9421	0.9471	0.9520

Приложение 3

СПИСОК

институты, представивших методики в данный сборник

Вещество	Наименование института
1	2
Азотнокислый натрий	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Алюминийорганические соединения	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Аминазин	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Антрацен	Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний
Бромистый метил	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Винилбутиловый эфир	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
1,2-Дибромпропан	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Диметилацетамид	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
o-Дихлорбензол и п-Дихлорбензол	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
2,3-Дихлор-1,4-нафтохинон	Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Диэтилхлортиофосфат	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Изопропилхлорформат /изопропилхлоркарбонат/	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Кадмий	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Метилнитрофоо	ВН.ИГиГянтско, г. Киев

1	2
Нитрометан	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Перхлорметилмеркаптан	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Симазин	Институт железнодорожной гигиены ИСУ МПС, г. Москва
Силазин, пропазин, антразин	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Сурьма	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва, Ленинградский институт охраны труда
Пятихлористая сурьма	Ленинградский институт охраны труда
Толуол, бутылцетат, бутылочный спирт	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Трихлористая и трихлористая сурьма	Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Трихлорэтилен, тетра-хлорэтан, тетрабромэтан	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Трихлорэтилен, тетрахлорэтилен	Белорусский санитарно-гигиенический институт, г. Минск, Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Трикрезилфосфат и триоктиленилфосфат	Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Трихлорбензол	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
m-Хлорфенилизонанат и п-хлорфенилизонанат	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Хлорбензол и бромбензол	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Хлорангидрид трихлор-угольной кислоты	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Цианурхлорид	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний