

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 НЕДЛНЫХ 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 И2.1.005-76. 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

С О Д Е Р Ж А Н И Е

стр.

I. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций своти-стокиолого натрия в воздухе .. .	4
2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций алюминийорганических 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-окси-3,7-дигром-1,4-нафтохинонимина в воздухе	17
5. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций антрацена в воздухе	21
6. Методические указания по измерению концентраций бромистого метала в воздухе	29
7. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилбутилового эфира в воздухе .. .	29
8. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 1,2-дигромпропана в воздухе	33
9. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диметилациетамида в воздухе	37
10. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций о-дихлорбензола и п-дихлорбензола в воздухе	41
II. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 2,3-дихлор-1,4-нафтохинона в воздухе	46
12. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диэтанхлортофофата в воздухе .. .	50
13. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций изопропилхлорформиата /изопропилхлоркарбоната/ в воздухе	55

14. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций кальция в воздухе	60
15. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций метилнитрофоса в воздухе	64
16. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 4-метиламино-1-оксистиляминоантрахинона в воздухе	68
17. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нитрометана в воздухе	71
18. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций <i>p</i> -оксидифенилаланина в воздухе	75
19. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций перхлормтилмеркаптана в воздухе .	78
20. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций симазина, пропазина и антрацина 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 бутового 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, тетрахлорэтанда и тетрабромэтана в воздухе	111
27. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций трихлорэтилена и тетрахлорэтилена /пентахлорэтилена/ в воздухе	117

28. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций тетрахлорэтилена /перхлорэтилена/ в воздухе	121
29. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций трикрезилфоата и триоксилен-фоофата в воздухе	126
30. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций трихлорбензола в воздухе	131
31. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций солянокислого п-фенетицина в воздухе	135
32. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3-хлор-1-бромпропана и 2-хлорэтансульфохлорида 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 I. 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

Edwin Abbott 1983 r.

• 34740 - 13

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ТРИКРЕЗИЛФОСФАТА И ТРИКСИЛЕНИЛФОСФАТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Трикремамфосфат
 $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{PO}_3$

M = 368-36

Молкость. Плотность 1,7-1,2 при 20°. $T_{\text{кпп}}$ 280-290°.

Легко растворяется в эфире, этанолом спирте, бензине. Нерастворим в воде.

Трикоксилинилфосфат.

$\gamma = 410.45$

Износостойкость. Плотность 1,12-1,17, $T_{\text{кип}}$ 270-350°. Легко растворяется в масле, эфире, не растворяется в воде.

1. ХАРАКТЕРИСТИКА МОТОРОВ

Определение основано на разрушении трикрем-и- и триколем-нилфофата азотной и серной кислотами в присутствии марганцево-кислого калия. Образовавшую фторинную кислоту определяют по синему фосфорномолибденовому комплексу.

Сбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Предел измерения трикремилфосфата 12 мкг, триоксиленилфосфата 13 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе 0,05 мг/м³ /при отборе 250 л/ и трикремилфосфата и 0,5 мг/м³ /при отборе 25 л/ для триоксиленилфосфата.

Диапазон измеряемых концентраций 0,05–0,5 мг/м³ /для трикремилфосфата/ и 0,5–5,0 мг/м³ /для триоксиленилфосфата/.

Определению мешают другие фосфорорганические соединения.

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

Предельно допустимая концентрация трикремилфосфата в воздухе 0,1 мг/м³, триксиленилфосфата 1,5 мг/м³.

2. Реактивы и растворы

Калий фосфорникислый, однозамещенный, х.ч., ГОСТ 4198-76. Основной раствор, содержащий 100 мкг/мл фосфора, готовят титрованием 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 разведением основного раствора. Основной раствор устойчив 2–3 недели, стандартный раствор – в течение нескольких дней.

Аммоний молибдозинкислый, х.ч., ГОСТ 8765-77, 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 равненная 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 -ранят в склянке с притертой пробкой, годен 5 дней.

3. Приборы и посуда.

Фотоколориметр или спектрофотометр

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Фильтры АФА-ХА или бумажные беззольные "сияя лента"

Пробирки колориметрические, высотой 120 мм и внутренним диаметром 15 мм

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 100 мл

Колба из тугоплавкого стекла, вместимостью 20 мл

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

Баня водяная.

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 из воздуха в течение 15 минут /для триказилфосфата/ и 15-17 л в течение 1-2 минут /для трикоалинилфосфата/.

Условия анализа

Фильтр промывают 20-25 мл эфира. Эфирный раствор в 1 сл. в колбу из тугоплавкого стекла и выпаривают до суши на водяной бане

при $\varrho=35^{\circ}$. К сухому остатку прибавляют 5 мл концентрированной азотной кислоты и 0,1 мл окислительной 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 молибденокислого 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 триксиленилфосфита определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов, согласно таблице 26.

Таблица 26.

Шкала стандартов

Номер стандартного раствора, содержащий 10 мкг/мл, мл	Вода, мл	Содержание фосфора, мкг
1	0	0
2	0,1	1
3	0,2	2
4	0,4	4
5	0,6	6
6	0,8	8
7	1,0	10

Шкалу стандартов обрабатывают аналогично пробам.

Концентрацию трикремнеклосфата или триксилениклосфат в мг/м³ воздуха /Х/ вычисляют по формуле:

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

M - количество фосфора, найденное в анализируемом об. же пробе, мкг;

V - общий объем пробы, мл;

V_0 - объем пробы, взятый для анализа, мл;

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

K - коэффициент перевода фосфора на трикремнеклосфат 11,9, на триксилениклосфат 19,2.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$\mathcal{V}_{20} = \frac{\mathcal{V}_t \cdot (273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33}, \text{ где}$$

- \mathcal{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, $^{\circ}\text{C}$:

Для удобства расчета \mathcal{V}_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить \mathcal{V}_t на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

КОЭФФИЦИЕНТЫ

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°С
и атмосферное давление 101,35 кПа /760 м рт.ст./

°C	Давление Р, кПа												
	97,33	97,86	98,40	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40		
-30	I.I582	L.I646	I.I709	I.I772	I.I836	I.I839	I.I963	I.2026	L.2058	I.2122	L.2185		
-26	I.I93	I.I456	I.I519	I.I581	I.I644	I.I705	I.I768	I.I831	I.I862	I.I925	I.I986		
-22	I.I2I2	I.I274	I.I336	I.I396	I.I458	I.I519	I.I581	I.I643	L.I673	L.I735	I.I795		
-18	L.I036	I.I097	I.II58	I.I218	I.I278	I.I338	I.I399	I.I460	L.I490	L.I55I	I.I6II		
-14	I.C866	I.0926	I.0986	I.I045	I.II05	I.II64	I.I224	I.I284	L.I3I3	L.I373	L.I432		
-10	I.I070I	I.0760	I.08I9	I.0877	I.0936	I.0994	I.I053	L.III2	I.II4I	L.I200	L.I258		
-6	I.0540	L.0599	I.0657	I.07I4	I.0772	I.0829	I.0887	I.0945	I.0974	I.I032	I.I089		
-2	I.0385	I.0442	I.0499	I.0556	I.06I3	I.0669	I.0726	I.0784	I.08I2	I.0869	I.0925		
0	I.0309	I.0366	I.0423	I.0477	I.0525	I.059I	I.0648	I.0705	I.0733	I.0789	I.0846		
+2	I.0234	I.028I	I.0347	I.0402	I.0459	I.05I4	I.057I	I.0627	I.0655	I.07I2	I.0767		
+6	I.0087	L.0I43	I.0I98	I.0253	I.0309	I.0363	I.04I9	I.0475	I.0502	I.0557	L.06I2		
+10	0.9944	0.9999	I.0054	I.0I08	I.0I62	I.02I6	I.0272	I.0326	I.0353	I.0407	I.0462		
+14	0.9836	0.9860	0.99I4	0.9967	I.0027	I.0074	I.0I28	I.0183	I.0209	I.0263	I.03I6		
+18	0.967I	0.9725	0.9778	0.9830	0.9884	0.9936	0.9989	I.0043	I.0069	I.0I22	I.0I75		
+20	0.9605	0.9658	0.97II	0.9763	0.98I6	0.9868	0.992I	0.9974	I.0000	I.0053	I.0I05		
+22	0.9539	0.9592	0.9645	0.9696	0.9749	0.9800	0.9853	0.9906	0.9932	0.9985	I.0036		
+24	0.9475	0.9527	0.9579	0.963I	0.9983	0.9735	0.9787	0.9839	0.9865	0.99I7	0.9968		
+26	0.94I2	0.9464	0.95I6	0.9566	0.96I8	0.9669	0.972I	0.9773	0.9799	0.985I	0.9902		
+28	0.9349	0.940I	0.9453	0.9503	0.9555	0.9605	0.9657	0.9708	0.9734	0.9785	0.9836		
+30	0.9288	0.9339	0.939I	0.9440	0.9492	0.9542	0.9594	0.9645	0.9670	0.9723	0.9772		
+34	0.9167	0.92I8	0.9268	0.93I8	0.9368	0.94I8	0.9468	0.95I9	0.9544	0.9595	0.9644		
+38	0.9049	0.9099	0.9I49	0.9I98	0.9248	0.9297	0.9347	0.9397	0.942I	0.947I	0.9520		%

Приложение 3

С П И С О К
институтов, представивших методики в данный сборник

Вещество	Наименование института
1	2
Азотистокислый 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
I,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
Лизатилхлортиофосфат	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Изопропилхлорформиат /изопропилхлоркарбонат/	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Кадмий	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Метилнитробнос	ВНИИГантско, г. Киев

1	2
Нитрометан	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Перхлорметилмеркаптан	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Симазин	Институт железнодорожной гигиены ГСУ МИС, г. Москва
Симазин, пропазин, антравин	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, бутилцетат, бутиловый спирт	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Треххлористая и треххлористая сурьма	Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Трихлорэтилен, тетрахлорэтан, тетраброметан	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Трихлорэтилен, тетрахлорэтилен	Белорусский санитарно-гигиенический институт, г. Минск, Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Трикрезилфоофат и трикоинленделфоофат	Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Трихлорбензол	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
<i>m</i> -Хлорфенилизоцианат и <i>n</i> -хлорфенилизоцианат	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Хлорбензол и бромбензол	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Хлорангидрид треххлорусусной кислоты	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Цианурхлорид	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний