

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XX

Москва, 1984

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по измерению вредных веществ
в воздухе
XX

Москва, 1984 г.

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

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

Редакционная коллегия: Егикян Р.Т.

Македонская Р.Н.

Лукасян Р.О.

Дьякова Г.А.

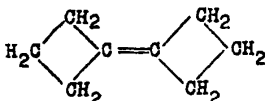
Овечкин В.Г.

А.И. Заиченко

"№" *с. 1567* 1984 г.

№ 3-108-54

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ



M.M. 108.18

Дициклобутилен - жидкость с неприятным запахом. Температура кипения 149°C , температура плавления -26°C , растворяется в органических растворителях. В воздухе находится в виде паров.

I. Характеристика метода

Определение основано на фотометрировании окрашенного соединения, образующегося в результате реакции конденсации дициклогобутилдена с п-(диметил-амино)-бензальдегидом.

Отбор проб производится с концентрированием в раствор серной кислоты.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 2 мкг.

Предел измерения в воздухе 2,66 мг/м³ (при отборе 1,5 л

воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 2,6 до 33,33 мг/м³.

Определению не мешают тетрагидрофуран, октан, этилен и пропилен до 2 мг в пробе. Определению мешают циклопентадиен, дициклопентадиен и изопрен.

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

Предельно допустимая концентрация дициклобутилдена в воздухе 10 мг/м³.

2. Реактивы, растворы и материалы

Дициклобутиліден, хч.

Серная кислота, хч, разбавленная с водой 3:2, ГОСТ 4204-77.

Этиловый спирт, ГОСТ 5963-67.

п-(Диметил-амино)-бензальдегид, чда, ТУ 6-09-3272-77, свежеприготовленный 1%-ный раствор в серной кислоте (3:2).

Стандартный раствор дициклобутилдена № 1. В мерную колбу вместимостью 25 мл вносят 10 мл этилового спирта, взвешивают, добавляют 1-2 капли дициклобутилдена и вторично взвешивают. Доводят объем до метки этиловым спиртом и рассчитывают количество дициклобутилдена в 1 мл. Раствор устойчив в течение 5 дней.

Стандартный раствор дициклобутилдена № 2, содержащий 100 мкг/мл, готовят соответствующим разбавлением этилового

спиртом раствора № I. Раствор устойчив в течение 2 дней.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Поглотительные приборы с пористой пластинкой № I (или № 2).

Колбы мерные, вместимостью 25 мл, ГОСТ 1770-74Е.

Пипетки, вместимостью 1,5 и 10 мл с ценой делений 0,01 и 0,1 мл соответственно, ГОСТ 20292-74Е.

Пробирки, вместимостью 10-20 мл, ГОСТ 10515-75.

Спектрофотометр.

Баня водяная.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,3 л/мин протягивают через поглотительный прибор с пористой пластинкой, содержащий 5 мл серной кислоты (3:2).

Для определения 1/2 ПДК, следует отобрать 0,8 л воздуха.

Условия анализа

Аликвотную часть пробы 2,5 мл вносят в пробирку, добавляют по 0,5 мл этилового спирта и 0,1 мл 1% раствора п-(диметил-амино)-бензальдегида, размешивают и нагревают 10 мин на

кипящей водяной бане.

По охлаждении измеряют оптическую плотность раствора на спектрофотометре при длине волны 520 нм в кивете с толщиной слоя 10 мм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Содержание дициклобутилидена в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику, согласно таблице.

Таблица

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор № 2, мл	Этиловый спирт, мл	Раствор серной кислоты (3:2), мл	Содержание дициклобутилидена, мкг
1	0	0,50	Во	0
2	0,02	0,48	Все	2
3	0,05	0,45	про-	5
4	0,10	0,40	бирки	10
5	0,15	0,35	по	15
6	0,20	0,30	2,5	20
7	0,25	0,25	мл	25

Шкалу стандартов обрабатывают аналогично пробам. Шкала устойчива в течение 2 часов.

Концентрацию дициклобутилидена в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

- g - количество дициклобутилидена, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг.
- v_1 - общий объем пробы, мл.
- v - объем пробы, взятый для анализа, мл.
- v_{20} - объем воздуха, л, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям (см. приложение I).

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^0) \cdot 101,33} , \text{ где}$$

V_t — объем воздуха, отобранный для анализа, л.

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

t^0 — температура воздуха в месте отбора проб, °С

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

К о э ф ф и ц и е н т ы
для приведения объема воздуха к стандартным условиям
(температура +20°C, атмосферное давление 101,326 кПа)

Тем- пе- ра- тура воз- духа, °C	Атмосферное давление, кПа											
	97,5	98,0	98,5	99,0	99,5	100,0	100,5	101,0	101,5	102,0	102,5	
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
-30	1,1602	1,1662	1,1721	1,1781	1,1840	1,1900	1,1959	1,2019	1,2078	1,2138	1,2197	
-28	1,1508	1,1567	1,1626	1,1685	1,1744	1,1803	1,1862	1,1921	1,1980	1,2039	1,2098	
-26	1,1414	1,1473	1,1532	1,1590	1,1649	1,1707	1,1766	1,1824	1,1883	1,1941	1,2000	
-24	1,1323	1,1381	1,1439	1,1497	1,1555	1,1613	1,1671	1,1729	1,1787	1,1845	1,1903	
-22	1,1233	1,1290	1,1348	1,1405	1,1463	1,1521	1,1578	1,1636	1,1693	1,1751	1,1809	
-20	1,1144	1,1201	1,1258	1,1315	1,1372	1,1429	1,1487	1,1544	1,1601	1,1658	1,1715	
-18	1,1056	1,1113	1,1170	1,1226	1,1283	1,1340	1,1397	1,1453	1,1510	1,1567	1,1623	
-16	1,0970	1,1027	1,1083	1,1139	1,1195	1,1252	1,1308	1,1364	1,1420	1,1477	1,1533	
-14	1,0886	1,0941	1,0997	1,1053	1,1109	1,1165	1,1221	1,1276	1,1332	1,1388	1,1444	
-12	1,0802	1,0856	1,0913	1,0968	1,1024	1,1079	1,1135	1,1190	1,1245	1,1301	1,1356	
-10	1,0720	1,0775	1,0830	1,0885	1,0940	1,0995	1,1050	1,1105	1,1160	1,1215	1,1270	
-8	1,0639	1,0694	1,0748	1,0802	1,0857	1,0912	1,0967	1,1021	1,1076	1,1130	1,1185	

Продолжение прилож.2

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
	-6	1,0559	1,0614	1,0668	1,0722	1,0776	1,0830	1,0884	1,0938	1,0993	1,1047	1,1101
	-4	1,0481	1,0535	1,0588	1,0642	1,0696	1,0750	1,0803	1,0857	1,0911	1,0965	1,1018
	-2	1,0404	1,0457	1,0510	1,0564	1,0617	1,0670	1,0724	1,0777	1,0830	1,0884	1,0937
	0	1,0327	1,0380	1,0433	1,0486	1,0539	1,0592	1,0645	1,0698	1,0751	1,0804	1,0857
	+2	1,0252	1,0305	1,0357	1,0410	1,0463	1,0515	1,0568	1,0620	1,0673	1,0725	1,0778
	+4	1,0178	1,0230	1,0283	1,0335	1,0387	1,0439	1,0491	1,0544	1,0596	1,0648	1,0700
22	+6	1,0105	1,0157	1,0209	1,0261	1,0313	1,0364	1,0416	1,0468	1,0520	1,0572	1,0623
	+8	1,0033	1,0085	1,0136	1,0188	1,0239	1,0291	1,0342	1,0394	1,0445	1,0496	1,0548
	+10	0,9962	1,0014	1,0065	1,0116	1,0167	1,0218	1,0269	1,0320	1,0371	1,0422	1,0473
	+12	0,9893	0,9943	0,9994	1,0045	1,0095	1,0146	1,0197	1,0248	1,0298	1,0349	1,0400
	+14	0,9824	0,9874	0,9924	0,9975	1,0025	1,0075	1,0126	1,0176	1,0227	1,0277	1,0327
	+16	0,9756	0,9806	0,9856	0,9906	0,9956	1,0006	1,0056	1,0106	1,0156	1,0206	1,0256
	+18	0,9689	0,9738	0,9788	0,9838	0,9887	0,9937	0,9987	1,0036	1,0086	1,0136	1,0185
	+20	0,9622	0,9672	0,9721	0,9770	0,9820	0,9870	0,9918	0,9968	1,0017	1,0067	1,0116
	+22	0,9557	0,9606	0,9655	0,9704	0,9753	0,9802	0,9851	0,9900	0,9949	0,9998	1,0047
	+24	0,9493	0,9542	0,9590	0,9639	0,9688	0,9736	0,9785	0,9834	0,9882	0,9931	0,9980
	+26	0,9429	0,9478	0,9526	0,9574	0,9623	0,9671	0,9719	0,9768	0,9816	0,9865	0,9913
	+28	0,9367	0,9415	0,9463	0,9511	0,9559	0,9607	0,9655	0,9703	0,9751	0,9799	0,9847

Продолжение прилож.2

I	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
+30	0,9305	0,9353	0,9400	0,9448	0,9496	0,9543	0,9591	0,9639	0,9687	0,9734	0,9782
+32	0,9244	0,9291	0,9339	0,9386	0,9433	0,9481	0,9528	0,9576	0,9623	0,9670	0,9718
+34	0,9184	0,9231	0,9277	0,9325	0,9372	0,9419	0,9466	0,9513	0,9560	0,9607	0,9655
+36	0,9124	0,9171	0,9218	0,9265	0,9311	0,9358	0,9405	0,9452	0,9498	0,9545	0,9592
+38	0,9066	0,9112	0,9158	0,9205	0,9251	0,9298	0,9344	0,9391	0,9437	0,9484	0,9530
+40	0,9008	0,9054	0,9100	0,9146	0,9192	0,9239	0,9285	0,9331	0,9377	0,9423	0,9469

Перечень
учреждений и авторов, представивших методические указания
в данный сборник

№ п/п	Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание	Авторы
I	2	3	4
1.	Фотометрическое измерение 6-аминопенициллановой кислоты	ВНИИантибиотиков, г.Москва	Чурагулова Н.К.
2.	Хроматографическое измерение анабазина, анабазин-гидрохлорида, нитрозоанабазина, полиакрилина и лупинина	Узбекский НИИ гигиены, санитарии и профзаболеваний, г.Ташкент	Ляхо В.Г. Мусаев А.Т.
3.	Фотометрическое измерение гиберсина	Новосибирский НИИ органической химии СО АН СССР	Кобрина В.Н.
4.	Турбидиметрическое измерение декабромдифенилоксида	ВНИИЙодобром, г.Саки	Некрасов И. Псалтыра С.
5.	Газохроматографическое измерение N, N- диметилгидраминопропионитрида	Ленинградский НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Ленинград	Шефтер В.Е. Иванова Н.П.

Продолжение приложения 3

I	2	3	4
6. Фотометрическое измерение диметилпропандиамина	Ленинградский НИИ гигиены труда и профзаболеваний г. Ленинград	Шейтер В.Е. Крупениной Р.С.	
7. Газохроматографическое измерение 3,5-динитро-4-хлорбензотрифторида	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва	Попова С.М.	
8. Фотометрическое измерение дициклобутилидена	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР г. Москва	Павловская Г.С.	
9. Фотометрическое измерение карбокромена	Рижский медицинский институт, г. Рига	Баке М.Я.	
10. Фотометрическое измерение магния, алюминия и их оксидов	Ленинградский НИИ охраны труда ВЦСПС, г. Ленинград	Буренко Т.С. Ульянова А.Н.	
11. Газохроматографическое измерение метилхлорида	Новосибирский НИИ гигиены, г. Новосибирск	Памазова Е.Н.	

1	2	3	4
12. Газохроматографическое измерение метана, этана, пропана, изо-бутана, пентана, изо-пентана и их сумми	Белорусский санитарно-гигиенический НИИ, г. Минск	Перцовский А.Л.	
13. Газохроматографическое измерение метанола	ГорСЭС, г. Москва	Розова Н.Д.	
		Поротникова А.И.	
		Книжникова Л.М.	
14. Фотометрическое измерение метил-Н-(2-бензил-мидазолил)-карбамата	Львовский медицинский институт, г. Львов	Маненко А.К.	
		Галушка А.И.	
		Дробязко В.П.	
		Постушенко Т.В.	
		Баик С.И.	
15. Фотометрическое измерение 3-метил-4-гидрометил-фенола	Университет им. П.Думанского, г. Москва	Смоляр Н.Я.	
16. Газохроматографическое измерение монометилового эфира адипиновой кислоты	Ростовский-на-Дону медицинский институт, г. Ростов-на-Дону	Белова Э.Г.	
		Жукова Т.В.	
17. Жидкостнохроматографическое измерение нефтяных сульфоксидов	НИИнефтехимии, г. Уфа	Круглов Э.А.	
		Попов Ю.Н.	
		Мамаева А.А.	

1	2	3	4
18. Фотометрическое измерение пентакарбонила железа	Центральный институт усовершенствования врачей, г.Москва	Макеева Е.П. Кривда Г.И.	
19. Газохроматографическое измерение предельных C_1-C_{10} (суммарно), не-предельных C_2-C_5 (суммарно) и ароматических (бензола, толуола, этил-бензола, ксилолов, сти-рола) углеводородов	Казанское пусконала- дочное управление инженерно-производ- ственного треста "Оргнефтехимзаводы", г.Казань	Рувинский Л.Я Монетина Л.А. Чернов А.В. Медведева Л.М. Акчурун Ф.Г. Буденко А.Г.	
20. Газохроматографическое измерение пропиленхлор-гидрина	ГорСЭС, г.Москва	Розова Н.Д. Поротникова А.И Книжников Л.М.	
21. Полярографическое из- мерение титаната ба- рия, тетратитаната бария, титаната бария- алюминия, титаната ба- рия-кальция и титаната цирконата бария	Ленинградский НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Ленинград	Бреннер Э.С.	

I	2	3	4
22.	Фотометрическое измерение 2,4,4'-тринитробензанилида	Ростовский-на-Дону мединститут, г.Ростов-на-Дону; ВНИИПИМ, г.Тула	Щеголева Л.Н. Агапова С.А.
23.	Газохроматографическое измерение формальдегида	Белорусский санитарногигиенический НИИ, г.Минск	Перцовский А.Л.
24.	Фотометрическое измерение однозамещенного фосфата хрома и медьхром-фосфатов	Свердловский НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Свердловск	Старков П.С. Коновалова Н.Е.
25.	Полярографическое измерение изо-фталевой кислоты	ВНИИПИМ, г.Тула Ростовский-на-Дону мединститут, г.Ростов-на-Дону	Федонина В.Ф. Белова Э.Г. Жукова Т.В.
26.	Хроматографическое измерение хлората магния	Ташкентский мединститут, г.Ташкент; СредазНИИПищепром, г.Ташкент	Феофанова В.Н. Шейнина Р.И.

Продолжение приложения 3

1	2	3	4
27.	Газохроматографическое измерение п-хлорбензо-трихлорида	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва	Попова С.М.
28.	Газохроматографическое измерение п-хлорбензо-трифторида	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва	Попова С.М.
29.	Фотометрическое измерение ди-β, β ^I -хлорэтилового эфира винилфосфиновой кислоты	Ростовский-на-Дону мединститут, г.Ростов-на-Дону	Каминский А.Я. Белова Э.Г. Хван Т.А.
30.	Фотометрическое измерение этиленгдиголя	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Горький	Гронсберг Е.Ш.
31.	Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1,3-дихлорбутена-2, 3-4-дихлорбутена-I и 1-4-дихлорбутена-2 (цис и транс) в воздухе рабочей зоны	НИИ общей гигиены и профзаболеваний МЗ СССР, г.Ереван	Егикян Р.Т.
32.	Методические указания по измерению концентраций железа, марганца, хрома, никеля, магния в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционного спектрального анализа	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва	Македонская Р.Н.

I	2	3	4
33. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций капролактама в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва Муравьева С.И. Макеева Л.Г.		
34. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций никотина в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва Грачева К.М.		
35. Методические указания по полярографическому измерению концентраций фосфата цинка в воздухе рабочей зоны	Первый Московский медицинский институт Каменев А.И.		
36. Методические указания по полярографическому измерению концентраций сульфата цинка и люминофоров на основе соединений цинка (К-86, К-82п, К-75)	Первый Московский медицинский институт Каменев А.И.		
37. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ди- и триэтиленгликоля в воздухе	НИИ гигиены труда, профзаболеваний АМН СССР, г.Москва Бабина М.Д.		

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 6-аминопенициллановой кислоты в воздухе рабочей зоны.....	I
2. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций анабазина, анабазина гидрохлорида, нитрозоанабазина, полиакрилина или лупина в воздухе рабочей зоны.....	6
3. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций гибберсида в воздухе рабочей зоны	15
4. Методические указания по турбидиметрическому измерению концентраций декабромдифенилоксида в воздухе рабочей зоны.....	21
5. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций N , N , -диметиламинопропионитрила в воздухе рабочей зоны	26
6. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диметилпропандиамина в воздухе рабочей зоны.....	33
7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 3,5-динитро-4-хлорбензотрифторида в воздухе рабочей зоны.....	38

8. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дициклобутилидена в воздухе рабочей зоны.....	43
9. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций карбокромена в воздухе рабочей зоны.....	48
10. Методические указания по разделному фотометрическому измерению концентраций магния, алюминия и их окислов в воздухе рабочей зоны.....	52
11. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций металлилхлорида в воздухе рабочей зоны.....	61
12. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций метана, этана, пропана, бутана, изобутана, пентана, изо-пентана и их сумм в воздухе рабочей зоны.....	66
13. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилала в воздухе рабочей зоны.....	72
14. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций метил -N -(2-бензимидазолил)-карбамата в воздухе рабочей зоны.....	76
15. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3-метил-4-тиометилфенола в воздухе рабочей зоны.....	82

16. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций монометилового эфира адипиновой кислоты в воздухе рабочей зоны.....	87
17. Методические указания по жидкостнохроматографическому измерению концентраций нефтяных сульфоксидов в воздухе рабочей зоны.....	92
18. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций пентакарбонила железа в воздухе рабочей зоны.....	105
19. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций предельных C_1-C_{10} (суммарно), непредельных C_1-C_5 (суммарно) и ароматических (бензола, толуола, этилбензола, ксилола, стирола) углеводородов в воздухе рабочей зоны	110
20. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций пропиленхлоргидрина в воздухе рабочей зоны.....	129
21. Методические указания по полярографическому измерению концентраций титаната бария, тетратитаната бария, титаната бария-алюминия, титаната бария-кальция и титаната цирконата бария в воздухе рабочей зоны...	134
22. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 2,4,4 ^I -тринитробензанилида в воздухе рабочей зоны	139

1. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций формальдегида в воздухе рабочей зоны.....	I43
1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций однозамещенного фосфата хрома и медь-хромфосфата в воздухе рабочей зоны.....	I49
25. Методические указания по полярографическому измерению концентраций изо-фталевой кислоты в воздухе рабочей зоны.....	I54
6. Методические указания по хроматографическому измерению концентраций хлората магния в воздухе рабочей зоны.....	I59
27. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций п-хлорбензотрихлорида в воздухе рабочей зоны.....	I66
28. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации п-хлорбензотрифторида в воздухе рабочей зоны.....	I71
29. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций ди- β , β' -хлорэтилового эфира винил-фосфиновой кислоты в воздухе рабочей зоны.....	I76
30. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций этиленгликоля в воздухе рабочей зоны...	I82

31. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1,3-дихлорбутена-2 3,4-дихлорбутена-1 и 1,4-дихлорбутена-2 /цис и транс/ в воздухе рабочей зоны	187
32. Методические указания по измерению концентраций железа, марганца, хрома, никеля, магния в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционного оптического анализа	193
33. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций капролактама в воздухе рабочей зоны	199
34. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций никотина в воздухе рабочей зоны	203
35. Методические указания по полярографическому измерению концентраций фосфата цинка в воздухе рабочей зоны	207
36. Методические указания по полярографическому измерению концентраций сульфида цинка и диоксида азота на основе соединений цинка /К-86, К-82н, К-75/ в воздухе рабочей зоны	211
37. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ди- и триэтиленгликоля в воздухе рабочей зоны	216
38. Приложение I	221
39. Приложение 2	222
40. Приложение 3	225

Л. 71891 от 20.08.45 15 п. л. Зам. № 29 Тир 1250

Типография Министерства здравоохранения СССР