

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 ГОСТа 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.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций свотистоксиолого 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-нафтохинонамина 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
11. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 2,3-дихлор-1,4-нафтохинона в воздухе	46
12. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диэтоксихлортофофата 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-оксистилямино-антрахинона в воздухе	68
17. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нитрометана в воздухе	71
18. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций <i>п</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 бутилового 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, тетрахлорэтилана 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 трикрезилфофата и триоксилен-фоффата в воздухе	126
30. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций трихлорбензола в воздухе	131
31. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций солянокислого <i>п</i> -фенетида 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 <i>м</i> -хлорфенилизоцианата и <i>п</i> -хлорфенилизоцианата в воздухе	145
34. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций <i>п</i> -хлоранилина и <i>м</i> -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 методику	169

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного санитарного врача ССР

А.И. ЗАЙЦЕВО
А.И. ЗАЙЦЕВО

20 апреля 1953 г.

в 2273

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
3-ХЛОР-1-БРОМПРОПАНА И 2-ХЛОРЭТАНСУЛЬФОХЛОРИДА В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

3-хлор-1-бромпропан

$M = 157,45$



Излкость, плотность 1,63 при 8° , $T_{\text{кип}} 142,8^{\circ}$.

2-хлорэтансульфохлорид

$M = 165,03$



Излкость, плотность 1,5487 при 20° , $T_{\text{кип}} 196-199^{\circ}$ при
751 мм рт.ст.

I. Характеристика метода

Определение основано на гидролизе 3-хлор-1-бромпропана и 2-хлорэтансульфохлорида. Образующиеся хлор и бром определяют по взаимодействию ртути и хлорным калом.

Отбор проб проводится в концентрированном этиловом спирте.

Предел измерения 3-хлор-1-бромпропана и 2-хлорэтансульфохлорида 3 мкг в анализируемом объеме пробы

Предел измерения в воздухе 0,75 мг/м³ 3-хлор-1-бромпропана
/пр. отбора 10 л воздуха/ и 0,15 мг/м³ 2-хлорэтансульфохлорида

/при отборе 50 м/.

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе 0,75-20 мг/м³ для 3-хлор-1-бромпропана и 0,15-4,0 мг/м³ для 2-хлорэтансульфохлорида.

Чт.иражхлористый углерод определению не мешает.

Определению мешают другие галоидосодержащие соединения.

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

Предельно допустимая концентрация 3-хлор-1-бромпропана в воздухе 3 мг/м³, 2-хлорэтансульфохлорида 0,3 мг/м³.

2. Рактивы и растворы

3-Хлор-1-бромпропан, ч.д.а., МРТУ 6-09-1477-64, $T_{кип}$ 140-148⁶
2-хлорэтансульфохлорид, $T_{кип}$ 200-209⁰С.

Основной раствор. Во взвешенную мерную колбу вместимостью 25 мл с 10 мл этилового спирта вносят 1-2 капли 3-хлор-1-бромпропана или 2-хлорэтансульфохлорида, взвешивают и доводят до метки этиловым спиртом. Вычисляют содержание веществ в 1 мл раствора. Раствор устойчив 5-7 дней.

Стандартный раствор с содержанием 100 мкг/мл готовят с ответствующим разбавлением основного раствора этиловым спиртом. Раствор устойчив в течение 3-х дней.

Калий хлористый, х.ч., ГОСТ 4284-77.

Основной раствор, содержащий 100 мкг/мл хлористого водорода, готовят растворением 0,0204 г хлористого калия в 5 мл дистиллированной воды, в мерной колбе на 100 мл и доводят до метки этиловым спиртом.

Стандартный раствор, содержащий 10 мкг/мл, готовят сопоставленным разбавлением основного раствора этиловым спиртом.

Спирт этиловый, ГОСТ 5973-67, ректификат.

Кислота азотная, х.ч., ГОСТ 4461-77, конц. и 10% раствор.

Ртуть роданиста, ТУ 4305-51, 0,2% спиртовой раствор. 0,2 г роданиста ртути растворяют в 100 мл этилового спирта. Спустя сутки раствор отфильтровывают через воронку с пористой пластинкой № 2. Раствор устойчив в течение 14 дней.

Железоаммонийные квасы, ГОСТ 4205-77. 61 г железоаммонийных ядоцвоят в колбу, добавляют 100 мл воды и 310 мл концентрированной азотной кислоты. Раствор фильтруют через воронку с пористой пластинкой № 2 в мерную колбу ёмкостью 500 мл и доливают водой до метки.

Калий едкое, 4203-65, 5% раствор в этиловом спирте.

3. Приборы и посуда

Фотоколориметр или спектрофотометр

Аэрозионное устройство

Поглотительные сосуды с пористой пластинкой

Пробирки колориметрические, высотой 120 мм и внутренним диаметром 15 мм

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 0,1, 1, 2, 5 и 10 мл

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 15, 100 и 500 мл

Колбы конические, цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74

Воронки с пористой пластинкой № 2

Баня водяная

Термометр на 100°C.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через 3 поглотительных да с пористой пластинкой, сделяющих по 5 мл этилового спирта

/при охлаждении/.

Для определения I/2 ПДК 3-хлор-1-брюмина достаточно отобрать 6 л воздуха в течение 5 минут.

Для определения I/2 ПДК 2-хлоретансульфоксигидра до гаточно отобрать 50 л в течение 50 минут.

Условия анализа

Из каждого поглотительного сосуда 2 мл пробы вносят в колориметрические пробирки, прибавляют по 1 мл 5% раствора единого кали и нагревают в течение 8-х минут при $78-80^{\circ}\text{C}$. по охлаждении вносят в пробирки по 1,9 мл 10% азотной кислоты, добавляют эту же кислоту по каплям до растворения осадка, прибавляют по 0,5 мл малеятамминийных клаесцов, взвешивают и прибавляют 0,02 мл 0,2% спиртового раствора роданистой ртути. Растворы перемешивают и через 5 минут фотометрируют при длине волн 470 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Окиска растворов устойчива в течение 7-8 часов.

Содержание веществ в анализируемом объеме определяют по пропорционально квадратному градуированному графику. Для построения градуированного графика готовят шкалу стандартов, согласно таблице 19.

Таблица 29.

Шкала стандартов

Номер стандартного раствора, стаканчик содержащий 100 мкг/мл, стандарт	мл	Этalonный спирт, мл	Содержание бромирина или хлоретансульфоксигида, мг/л
I	0	2,0	0
2	0,03	1,97	3
3	0,05	1,95	5
4	0,1	1,9	10
5	0,2	1,8	20
6	0,3	1,7	30
7	0,4	1,6	40
8	0,6	1,4	60
9	0,8	1,2	80

Шкалу стандартов обрабатывают аналогично пробам.

При определении 3-хлор-1-бромпропана или 2-хлорэтансульфохлорида в присутствии хлористого водорода 2 мл пробы вносят в колориметрическую пробирку, прибавляют 1 мл 5% раствора щелочного калия, нагревают 3 минуты при 78-80°C и завершают анализ, как указано выше.

Для определения содержания хлористого водорода 2 мл пробы вносят в колориметрическую пробирку, добавляют 1 мл этилового спирта, 1,7 мл 10% азотной кислоты, 0,5 мл хлороаммонийных квасцов, 0,2 мл 0,2% спиртового раствора роданистой ртути и фотометрируют при длине волны 480 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм.

Содержание хлористого водорода в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов, согласно таблице 30.

Таблица 30.
Шкала стандартов

Номер	Стандартный раствор, од- держащий 10 мкг/мл.	Стандартный раствор, содержащий 100 мкг/мл.	Этиловый спирт, мл	Содержание хлористого водорода, мкг
1	0	-	3,0	0
2	0,1	-	2,9	1
3	0,3	-	2,7	3
4	0,5	-	2,5	5
5	1	-	2,0	10
6	-	0,15	2,85	15
7	-	0,2	2,8	20
8	-	0,3	2,7	30
9	-	0,4	2,6	40

Шкалу стандартов обрабатывают аналогично пробам.

Содержание 3-хлор-1-бромпропана или 2-хлорэтансульфохлорида в присутствии хлористого водорода определяют по разности двух

указанных определений.

Найденное по разности количество хлористого водорода в перевесе на 2-хлорэтансульфохлорид или 3-хлор-1-бромпропан умножают соответственно на коэффициенты 2,23 или 1,34.

Концентрацию 3-хлор-1-бромпропана или 2-хлорэтансульфохлорида в $\text{мг}/\text{м}^3$ воздуха X вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m \cdot \frac{v}{V} \cdot \frac{1000}{22.4}}{v \cdot V_{\text{ст}}}, \text{ где}$$

m — количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

v — объем пробы, взятый для анализа, мл;

V — общий объем пробы, мл;

$V_{\text{ст}}$ — объем воздуха l , взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по физ. хим. приложению I.

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

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

Приложение 2

КОЭФФИЦИЕНТЫ

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°C
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		
-50	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.I212	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.I551	I.I611		
-14	I.C866	I.0926	I.0986	I.I045	I.II05	I.II64	I.I224	I.I284	L.I313	L.I373	L.I432		
-10	I.I0701	I.0760	I.0819	I.0877	I.0936	I.0994	I.I053	L.II12	I.II41	I.I200	L.I258		
-6	I.0540	L.0599	I.0657	I.0714	I.0772	I.0829	I.0887	I.0945	I.0974	I.I032	I.I089		
-2	I.0385	I.0442	I.0499	I.0556	I.0613	I.0669	I.0726	I.0784	I.0812	I.0869	I.0925		
0	I.0309	I.0366	I.0423	I.0477	I.0535	I.0591	I.0648	I.0705	I.0733	I.0789	I.0846		
+2	I.0234	I.0281	I.0347	I.0402	I.0459	I.0514	I.0571	I.0627	I.0655	I.0712	I.0767		
+6	I.0087	L.0143	I.0198	I.0253	I.0309	I.0363	I.0419	I.0475	I.0502	I.0557	L.0612		
+10	0.9944	0.9999	I.0054	I.0108	I.0162	I.0216	I.0272	I.0326	I.0353	I.0407	I.0462		
+14	0.9836	0.9860	0.9914	0.9967	I.0027	I.0074	I.0128	I.0183	I.0209	I.0263	I.0316		
+18	0.9671	0.9725	0.9778	0.9830	0.9884	0.9936	0.9989	I.0043	I.0069	I.0122	I.0175		
+20	0.9605	0.9658	0.9711	0.9763	0.9816	0.9868	0.9921	0.9974	I.0000	I.0053	I.0105		
+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	0.9631	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	0.9187	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

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
Диметилапетамид	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
Диметилхлортиофосфат	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Изопропилхлорформиат /изопропилхлоркарбонат/	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Кадмий	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Метилнитробос	ВНИИГиТСко, 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 траххлористая 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 трикоинленелфоофат	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