

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 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.Македоноская, С.И.Муравьева  
Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

# СОДЕРЖАНИЕ

стр.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций азотистокислого натрия в воздухе ..	4
2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аллюминийорганических 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-дибром-1,4-нафтохинонимина 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-дибромпропана 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 диэтилхлортофосфата 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-оксидифениламина 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 пентахлористой 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-фенетилина 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.И. Зайченко* А.И. ЗАЙЧЕНКО

№ 22 - *Виртис* 1983 г.

В 2769-13

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ  
ТЕТРАХЛОРЕТИЛЕНА /перхлорэтилена/ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

$\text{CCl}_2 = \text{CCl}_2$

M = 165,8

Белый порошок. Плотность 2,98 при 20°, T<sub>пл</sub> 187°, T<sub>кип</sub> - возгоняется.

Растворяется в сероуглероде, бензоле, хлороформе, толуоле, трудно растворим в спирте и эфире. В воде нерастворим.

### I. Характеристика метода

Определение основано на окислении тетрахлорэтилена до хлорангидрида трихлоруксусной кислоты, превращении его в трихлоруксусную кислоту, которая при взаимодействии с пиридином и анилином образует диаминил глутаконового альдегида.

Отбор проб проводится с концентрированием на сорбент.

Предел измерения тетрахлорэтилена 1 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе 1 мг/м³ /при отборе 1 л/.

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе 1-40 мг/м³.

Определению мешают хлорбензол, дихлорбензол, трихлорбензол.

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

Предельно допустимая концентрация тетрахлорэтилена в воздухе 10 мг/м<sup>3</sup>.

## 2. Реактивы и растворы

Тетрахлорэтилен, х.ч., ТУ 6-09-4084-75,  $T_{кип}$  121°C.

Основной раствор. Во взвешенную мерную колбу на 10 мл, содержащую 2-3 мл уксусной кислоты, вносят 250-300 мг тетрахлорэтилена, взвешивают вторично и доводят уксусной кислотой до метки.

Стандартный раствор № 1, содержащий 25 мг/мл, готовят соответствующим разбавлением основного раствора уксусной кислотой.

Стандартный раствор № 2, содержащий 100 мкг/мл, и стандартный раствор № 3, содержащий 10 мкг/мл, готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 серной кислотой.

Стандартные растворы № 2 и № 3 устойчивы в течение 10 суток.

Пиридин, ч.д.а., ГОСТ 13647-78, очищенный.

Пиридин кипятят 1 ч в колбе с обратным холодильником в присутствии щелочи /на 100 мл пиридина 6-7 г щелочи/ и перегоняют, предварительно добавив на каждые 100 мл пиридина 3-4 г кристаллической щелочи. Отбирают фракцию, кипящую при 114-116°C. Хранят в темном месте.

Анилин, ч.д.а., ГОСТ 5819-78, перегнанный,  $T_{кип}$  184,4°C.

Кислота уксусная, х.ч., ГОСТ 61-75, ледяная.

Кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77, плотность 1,84.

Натр едкий, х.ч., ГОСТ 4328-77, 20% и 1 Н растворы.

Калий азотнокислый, х.ч., ГОСТ 4217-77. Сумат в течение 1 ч при 80°C.



**Силикагель.** Адсорбент размальвают в ступке, отбирают фракцию с размером зерен 0,25–0,5 мм, кипятят 3 ч с азотной кислотой 1:3, промывают, сушат и активируют 2–3 ч при 350–400°C.

### 3. Приборы и посуда

Фотоколориметр или спектрофотометр

Аспирационное устройство

Стеклянная трубка, длиной 50 мм, диаметром 4 мм.

Пробирки с прилифованными пробками, высотой 120 мм и внутренним диаметром 16 мм

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

Колбы мерные, вместимостью 10 и 25 мл, делительные выронки вместимостью 15–20 мл, ГОСТ 1770-74.

Баня водяная.

### 4. Проведение измерения

#### Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,3–0,5 л/мин аспирируют через стеклянную трубку, содержащую 200 мг силикагеля. Силикагель закрепляют в трубке пыжами из медной нелакированной проволоки. Пробы сохраняются 1 сутки.

Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 0,5 л воздуха в течение 1 минуты.

#### Условия анализа

Из трубки вынимают пыжи, силикагель высыпает в пробирку с прилифованной пробкой, вносят 40–50 мг азотнокислого калия и 0,5 мл серной кислоты, тщательно перемешивают, через 20 минут приливают 0,5 мл воды и осторожно небольшими порциями, при пе-

перемешивания, добавляют 2,5 мл 20% раствора едкого натра. В гелевую смесь /не допуская кристаллизации/ вносят 2 мл пиридина и смесь энергично встряхивают в течение 1 минуты. Переливают в делительную воронку, после расслоения нижний слой сливают. Переливают в колориметрическую пробирку 2 мл пиридинового слоя, добавляют 1,3 мл пиридина, 0,3 мл 1 N раствора едкого натра, перемешивают и нагревают 3 минуты в кипящей водяной бане. После охлаждения вносят 0,5 мл уксусной кислоты, 0,1 мл анилина, разбавляют до 8 мл водой и через 15 минут фотометрируют при длине волны 485-495 мμ в кювете с толщиной слоя 20 мм.

Содержание тетрахлорэтана в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов, согласно таблице 25.

Таблица 25.

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор, содержащий 10 мкг/мл	Стандартный раствор, содержащий 100 мкг/мл	Серия	Содержание тетрахлорэтана, мкг
1	0	-	0,5	0
2	0,1	-	0,4	1
3	0,2	-	0,3	2
4	0,5	-	0	5
5	-	0,1	0,4	10
6	-	0,15	0,35	15
7	-	0,2	0,3	20
8	-	0,3	0,2	30
9	-	0,4	0,1	40

Шкалу стандартов обрабатывают аналогично пробам.

Концентрацию тетрахлорэтана в мг/м<sup>3</sup> воздуха  $\lambda$  вычисляют по формуле:

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

$M$  - количество тетрахлорэтилена, найденное в анализируемом объеме пробы, мг;

$V$  - 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 1/.

## 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

## С П И С О К

институтов, представивших метсдкк 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
Диэтилхлортофосфат	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, бутилцетат, бутиловый 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-Хлорфенилизотианнат и п-хлорфенилизотианнат	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