

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.

| | |
|--|----|
| 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 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-оксиэтиламиноантрахинона 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 перхлорметилкарптана 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 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 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

Шелухин А.И. ЗАЧИЕНКО

• 26 • *исп. 1* 1953 г.

зап. 3767/13

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО МОНОМЕТРИЧЕСКИМ ИЗМЕРЕНИЯМ КОНЦЕНТРАЦИЙ
ТРИХЛОРОУГЛЕНА, ТЕТРАХЛОРОЭТАНА И ТЕТРАБРОМОЭТАНА В ВОЗДУХЕ
РАГЧЕМ 30 Ч

Трихлорэтлен $\text{CHCl}_2 - \text{C}_2$ $M = 131,38$

Бесцветная жидкость. Плотность 1,44 при 15° , $T_{\text{пл}} = 86,4^{\circ}$,
 $T_{\text{кип}} = 88-90^{\circ}$. Растворяется в этиловом спирте и эфире, в воде
малорастворим.

Тетрахлорэтан $\text{CHCl}_2 - \text{CHCl}_2$ $M = 167,84$

Бесцветная жидкость. Плотность 1,602 при 15° , $T_{\text{пл}} = 43,8^{\circ}$,
 $T_{\text{кип}} = 62^{\circ}$ при 45 мм рт.ст. Растворяется в этиловом спирте и эфи-
ре, в воде не растворяется.

Тетрабромэтан $\text{CHBr}_2 - \text{CHBr}_2$ $M = 345,68$

Бледно-желтая жидкость. Плотность 2,967 при 20° , $T_{\text{пл}} = 0,1^{\circ}$,
 $T_{\text{кип}} = 144^{\circ}$ при 40 мм рт.ст. Растворяется в этиловом спирте, эфире,
хлороформе, анилине, в воде малорастворим.

I. Характеристика метода

Определение основано на образовании димерида глутаконового
альдегида при взаимодействии галоидопроизводных этана и пиридина

с анилином.

Отбор проб проводится с концентрированием в пиридине.

Предел измерения трихлорэтилена и тетрахлорэтана 0,3 мкг ± 0,7 мкг тетраброма гана в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе трихлорэтилена и тетрахлорэтана 0,6 мг/м³ /при отборе 1 л/ и 0,3 мг/м³ тетрабромэтана /при отборе 4,5 л/.

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе трихлорэтилена и тетрахлорэтана 0,6–20 мг/м³ и 0,3–8,5 мг/м³ тетрабромэтана.

Определению мешают галоидопроизводные метан. и этана, хлор и бром.

Мешающее влияние хлора и брома устраняют в процессе отбора проб.

Граница суммарной погрешности измерения в воздухе не превышает ±25%.

Предельно допустимые концентрации трихлорэтилена в воздухе 10 мг/м³, тетрахлорэтана 5 мг/м³, тетрабромэтана 1 мг/м³.

2. Реактивы и растворы

Трихлорэтилен, Т_{кип} 87,2°C

Тетрахлорэтан, Т_{кип} 146,1°C

Тетрабромэтан, Т_{кип} 243,5°C

Основной раствор. Растворяют точную навеску веществ в пиридине.

Стандартный раствор № 1, содержащий 20 мкг/мл, и стандартный раствор № 2, содержащий 2 мкг/мл, готовят соответствующим разбавлением пиридином основного раствора. Сохраняются соответственно 24 – 6 часов.

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

Пиридин кипятят 1 ч в колбе с обратным холодильником над кристаллической щелочью /6-7 г щелочи на 100 мл пиридина/. Периодически, предварительно добавляя 3-4 г щелочи, отбирают фракцию, кипящую при 114-116⁰С. Хранят в темном месте.

Анилин, ч.д.а., ГОСТ 5819-78, перегнанный, Т_{кип} 184,4⁰С.

Натр едкий, х.ч., ГОСТ 4528-77, 1 Н раствор.

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

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67, ректификат.

Йодид калия, х.ч., ГОСТ 4292-74, 40% раствор.

Вата гигроскопическая.

Индикаторная вата.

Гигроскопическую вату промывают горячим спиртом и сушат при 85-90⁰С. Погружают 10 г ваты на 20 минут в 40% раствор йодида калия, отжимают между листами фильтровальной бумаги и сушат при 85-90⁰. Хранят склянке из темного стекла. Сменяют вату при заметном поколеблении.

3. Приборы и посуда

Фотоколориметр или спектрофотометр

Аспирационное устройство

Нагнотитальные сосуды Зайцева

Пробирки колориметрические, высотой 120 мм и внутренним диаметром 15 мм

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

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 5 и 50 мл

Индикаторная трубка, диаметром 6-7 мм

Баня водяная.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,2-0,3 л/мин аспирируют через 2 поглотительных сосуда Зайцева, содержащих по 2 мл пиридина, при охлаждении /вода + лед/. В при отсутствии в воздухе хлора или брома перед поглотительным сосудом устанавливают трубку, заполненную 0,3-0,5 г индикаторной ваты. Трубку заменяют, если появившийся окрашенный слой йодаlostигнем серетиной слоя ваты.

Для определения I/2 ПДК трихлорэтилена и тетрахлорэтана достаточно отобрать 0,5 л воздуха в течение 2-х минут, для определения I/2 ПДК тетрабромэтана достаточно отобрать 3 л воздуха в течение 10 минут.

Условия анализа

Содержимое поглотительных сосудов сливают вместе. 2 мл пробы вносят в колориметрическую пробирку, добавляют 0,5 мл 1 Н раствора едкого натра и нагревают 1-2 минуты при 100⁰С. По охлаждении прибавляют 0,5 мл уксусной кислоты, 0,1 мл анилина, доводят объем водой до 4 мл, перемешивают и через 15 минут фотовстривают при длине волны 485-495 нм в кювете с толщиной оконо 10 мм. Окрашенные растворы сохраняются в течение 3 часов.

Содержание веществ в анализируемом объеме определяют по предварительно построенным градуировочным графикам. Для построения градуировочных графиков готовят шкалы стандартов, согласно таблицам 23, 24.

Таблица 23.

**Шкала стандартов
/трихлорэтан и тетрахлорэтан/**

| Номер | Стандартный раствор, мкг/мл | Стандартный раствор, содержащий 20 мкг/мл. | Пиридин, мкг | Содержание вещества, мкг |
|-------|-----------------------------|--|--------------|--------------------------|
| 1 | 0 | - | 2,0 | 0 |
| 2 | 0,15 | - | 1,85 | 0,3 |
| 3 | 0,3 | - | 1,7 | 0,5 |
| 4 | 0,5 | - | 1,5 | 1,0 |
| 5 | 1,0 | - | 1,0 | 2,0 |
| 6 | 2,0 | - | 0 | 4,0 |
| 7 | - | 0,3 | 1,7 | 6,0 |
| 8 | - | 0,5 | 1,5 | 10,0 |

Таблица 24.

Шкала стандартов /тетрабромэтан/

| Номер | Стандартный раствор, мкг/мл | Стандартный раствор, содержащий 20 мкг/мл. | Пиридин, мкг | Содержание тетрабромэтана, мкг |
|-------|-----------------------------|--|--------------|--------------------------------|
| 1 | 0 | -/ | 2 | 0 |
| 2 | 0,35 | - | 1,65 | 0,7 |
| 3 | 0,75 | - | 1,25 | 1,5 |
| 4 | 1,5 | - | 0,5 | 3 |
| 5 | - | 0,3 | 1,7 | 6 |
| 6 | - | 0,5 | 1,5 | 10 |
| 7 | - | 0,75 | 1,25 | 15 |
| 8 | - | 1,0 | 1,0 | 20 |

Шкалы стандартов обрабатываются аналогично пробам.

Концентрацию веществ в мг/м³ воздуха /Х/ вычисляют по формуле:

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

ψ - количество трихлорэтана /тетрахлоретана, тетрафторометана/, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

F_1 - общий объем пробы, мл;

F_2 - объем пробы, взятый для анализа, мл;

F_3 - объем воздуха /л/, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле /см. приложение I/.

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.0463 | | |
| +14 | 0.9836 | 0.9860 | 0.99I4 | 0.9967 | I.0027 | I.0074 | I.0I28 | I.0I83 | 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 трикоинилфоофат | 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 |