

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	25
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 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

И. Зайченко И. ЗАЙЧЕНКО

"20 апреля 1983 г.

2766-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ
ТРЕХФТОРИСТОЙ И ТРЕХХЛОРИСТОЙ СУРЬМЫ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

S₂T₃ Трехфтористая сурьма M = 178,8

Бесцветное кристаллическое вещество. Плотность 4,4.

T_{пл} 292±8°, T_{кип} 319°. Растворяется в воде, метиловом спирте, ацетоне, бензоле, диоксане, хлорбензоле, гептане.

S₂Cl₃ Треххлористая сурьма M = 228,1

Бесцветное кристаллическое вещество. Плотность 3,14.

T_{пл} 73,4°, T_{кип} 223°. Растворяется в спирте, сероуглероде, бензоле, соляной, бромистоводородной и уксусной кислотах.

I. Характеристика метода

Определение основано на окислении трехфтористой и треххлористой сурьмы в присутствии HCl до ионов $S_2Cl_6^-$, образующих с бриллиантовым зеленым окрашенный продукт.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Предел измерения трехфтористой и треххлористой сурьмы 2 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе 0,08 мг/м³ /при отборе 100 л/.

Диапазон измеряемых концентраций 0,08–0,4 мг/м³.

Определению мешают соединения талька.

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

Предельно допустимая концентрация трехфтористой и треххлористо сурьмы в воздухе в пересчете на сурьму $0,3 \text{ мг}/\text{м}^3$ /с обязательным контролем НТ и НСЛ в воздухе/.

2. Реактивы и растворы

Калий сурьмяновинноислый $S_6O/C_4H_4O_6K \cdot 1/2 H_2O$, х.ч., ТУ 6-09-803-76.

Основной раствор, содержащий 100 мкг/мл сурьмы, готовят растворением 0,0273 г сурьмяновинноислого калия в 100 мл воды.

Стандартный раствор, содержащий 10 мкг/мл, готовят разбавлением основного раствора в 10 раз водой.

Кислота соляная, х.ч., ГОСТ 3118-7, разбавленная водой /1 : 1/.

Натрий азотистокислый, х.ч., ГОСТ 4197-74. 7% раствор.
Раствор устойчив 2 недели.

Мочевина, ч.д.а., ГОСТ 6691-77, насыщенный раствор. Растворяют 50 г мочевины в 50 мл горячей воды.

Бриллиантовый зеленый, ч., ТУ 6-09-1278-76. Растворяют 1 г красителя при нагревании на водяной бане в 100 мл спирто золингского раствора /1:3/. После охлаждения раствор отфильтровывают и хранят в склянке из темного стекла.

Толуол, ч.д.а., ГОСТ 5789-78.

3. Прибор и посуда

Фотоколориметр или спектрофотометр

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Фильтры бумажные, обеззоленные "сияя лента"

Пробирки колориметрические, высотой 120 мм, внутренним диаметром 15 мм

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

Стаканы химические, цилиндры, колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 50 и 100 мл.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через фильтр, помещенный в фильтродержатель. Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 60 л воздуха в течение 6 минут.

Условия анализа

Фильтр вынимают из патрона, помещают в стакан и заливают 10 мл соляной кислоты. Раствор фильтруют, фильтр промывают дважды по 5 мл соляной кислотой, фильтруя через ту же воронку, объем раствора доводят до 20 мл. В пробирку вносят 4,5 мл пробы, добавляют 1 мл воды, 0,5 мл раствора нитрита натрия и хорошо перемешивают. Спустя несколько минут прибавляют 0,5 мл раствора мочевинич, перемешивают и через 5 минут добавляют 0,1 мл раствора бриллиантового зеленого. Раствор перемешивают, и окрашеное соединение экстрагируют 2,5 мл толуола. Толуол переносят в кювету с толщиной слоя 5 мм и фотометрируют при длине волн 610 нм.

Содержание сурьмы в анализируемом объеме пробы определяют с предварительно построенному градуировочному графику.

Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов, согласно таблице 2.

Таблица 22.

шкала стандартов

Номер стан- дарта	Стандартный раствор с содержанием 10мкг/мл, мл	Вода, мл	Соляная кис- лота, /1:1/, мл	Содержание сурымы, мкг
1	0	1,0	4,5	0
2	0,2	0,8	4,5	2
3	0,4	0,6	4,5	4
4	0,6	0,4	4,5	6
5	0,8	0,2	4,5	8
6	1,0	0	4,5	10

Шкалу стандартов обрабатывают аналогично пробам.

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

$$\bar{x} = \frac{xy \cdot V_1}{x \cdot V_{10}}. \quad \text{где}$$

\bar{x} - количество сурьмы, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_1 - общий объем пробы, мл;

V - объем пробы, взятый для анализа, мл;

V_{10} - 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:

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

- \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.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