

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 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-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 СССР

А.И.ЗАИЧЕНКО

"26" апреля 1983 г.

№ 2763-83

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ СУРЬМЫ В
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ^х

Sb

$M = 121,76$

Серебристо-белый металл с блестящим блеском. Плотность 6,68, $T_{пл}$ 630^0 , $T_{кип}$ 1625^0C , медленно растворяется в серной и соляной кислотах.

Sb_2O_3

Трехокись сурьмы. $T_{пл}$ 656^0 , $T_{кип}$ 1425^0C , хорошо растворяется в соляной кислоте, плохо в серной и азотной.

Sb_2O_5

Пятиокись сурьмы. Устойчива до 357^0C , при более высоких температурах разлагается до Sb_2O_4 . Растворяется в водных растворах щелочей с образованием солей сурьмяной кислоты.

I. Характеристика метода

Метод А. Определение основано на восстановлении ионной сурьмы на ртутно-капельном электроде на фоне ЗН раствора соляной

^х Метод А - для анализа сурьмы в воздухе при пайке.

Метод В - для определения сурьмы в черной металлургии.

и кюлоты при потенциале восстановления пика сурьмы $E_h = -0,25 \text{ В}$.
по отношению к насыщенному каломельному электроду.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Метод Б. Определение основано на восстановлении ионов сурьмы Hg^+ ртутьно-каргельном электроде на фоне 2 Н раствора соляной кислоты при потенциале восстановления пика сурьмы $E_h = -0,15 \text{ В}$.
по отношению к донной ртути.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Предел измерения сурьмы - 0,1 мкг/мл /метод А/, 0,03 мкг/мл
/метод Б/.

Предел измерения в воздухе - 0,08 мг/м³ /метод А/, 0,015 мг/м³
/метод Б/ при отборе 30 л воздуха.

Диапазон измеряемых концентраций - 0,08-0,8 мг/м³ /метод А/,
0,015-0,05 мг/м³ /метод Б/.

Определению сурьмы не мешают олово, никель, цинк, оловоц.
/метод А/.

Определению сурьмы не мешают в соотношениях: железо /+3/
8000 : I; марганец 1000 : I; хром I : I; никель 50 : I /метод Б/.

Граница суммарной погрешности измерения сурьмы в воздухе
не превышает $\pm 15\%$.

Предельно допустимая концентрация сурьмы в воздухе 0,5 мг/м³,
трехвалентных окислов /в пересчете на сурьму/ - 1 мг/м³, пятива-
лентных окислов /в пересчете на сурьму/ - 2 мг/м³.

2. Реактивы и растворы

Сурьма металлическая.

Основной раствор с содержанием 1 мг сурымы готовят растворением 0,1 г расторгнутой сурымы в 5-10 мл концентрированной серной кислоты при нагревания. По охлаждению раствор разбавляют 30-50 мл воды и вновь охлаждают, переносят в мерную колбу на 100 мл и доливают до метки водой, тщательно перемешивают. Раствор устойчив в течение 5 месяцев.

Стандартные растворы с содержанием 100 мкг/мл, 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением 3 Н или 2 Н растворами.

Кислота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77, концентрированная, разбавленная 1:1

Кислота соляная, х.ч., ГОСТ ЭП18-77, 3 Н и 2 Н растворы.

Кислота с корбиновой.

Гидразин солянокислый, ч.д.а., ГОСТ 22159-79.

Аммоний ванадиевокислый, ч.д.а., ГОСТ 9336-75.

Ртуть азотнокислая, закисная, ч.д.а., ГОСТ 4521-78.

Ртуть металлическая, очищенная, ГОСТ 4658-49.

Цинк гранулированный.

Вода бидистиллированная. Реактивы следует готовить на би дистиллированной воде.

Азот газообразный, ГОСТ 9293-74, очищенный от кислорода.

Очистка азота от кислорода

Азот пропускают через склянку, содержащую раствор двухвалентного ванадия, находящегося над гранулами амальгамирванного цинка. Раствор двухвалентного ванадия готовят следующим образом: по 1 шок ванадиевокислого аммония растворяют в 15% растворе серной кислоты до получения насыщенного раствора пятивалентного ванадия. В устройстве восстановителя используют амальгаму цинка. Для ее получения гранулированный цинк встряхивают в растворе азотной кислоты, содержащем азотную кислоту, до образования блестящей альгамины цинка.

Амальгамированный цинк тщательно отмыают дистиллированной водой от азотной кислоты. Насыщенный раствор пятивалентного ванадия встряхивают с амальгамой цинка до фиолетовой окраски двухвалентного ванадия. Раствор устойчив в течение 1,5-2 месяцев.

Фильтры АФА ВП-20.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство

Полярографы ПУ-1, ППТ-1, с ртутно-капельным электродом с записью полярограмм в переменнотоковом режиме*.

Электрод насыщенный коломельный.

Электрод хлоросеребряный ЭВЛ-1М4.

Печь муфельная.

Шлипы тигельные.

Баллон для азота, редуктор для баллона.

Патроны для фильтров.

Электрическая плитка.

Тяглы фарфоровые.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25, 50, 100 мл.

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

Стаканы химические, вместимостью 50, 100 мл.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 10-15 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-20, помещенный в патрон.

Для определения $L/2$ ПДК сурьмы достаточно отобрать 30-50 л воздуха в течение 3-5 мин.

В случае применения полярографа другой системы следует подобрать оптимальный режим полярографирования.

Условия анализа

Метод А. Фильтры переносят в фарфоровые тигли, смачивают 2 мл серной кислоты /1:1/ и озолят при температуре 400⁰С в течение 1 часа. После охлаждения золу растворяют в 10 мл концентрированной соляной кислоты, переносят в мерную колбу на 25 мл и доводят до метки водой. Для полярографирования берут 6 мл пробы и добавляют 4 мл воды. Раствор помещают в полярографическую ячейку и полярографируют. Кислород из раствора удаляют продуванием в течение 3-5 мин очищенным от него азотом.

Условия полярографирования на ПУ-Т:

Начальное поляризующее напряжение -0,1 в, скорость развертки 2 мв/сек, амплитуда переменного тока 30 мв, период капания 3 сек, режим 3-х электродный, электрод сравнения хлорсеребряный, регистрация в "таст" режиме, демпфирование 5 х 0,1, координаты самописца $X = 2 \times 100$ мв/см, $Y = 1 \times 100$ мв/см.

Измеряют высоту пика и по калибровочному графику находят содержание сурьмы. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов, согласно таблице 20.

Таблица 20
Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор с содержанием 10 мкг/мл	Соляная кислота, 3 Н раствор, мл	Содержание сурьмы, мкг/мл
1	0,1	9,9	0,1
2	0,3	9,7	0,3
3	0,5	9,5	0,5
4	0,7	9,3	0,7
5	0,9	9,1	0,9
6	1,0	9,0	1,0

Следует график: на ось ординат наносят значения высоты пика в мк, на ось абсцисс - соответствующие им величины концентраций

сурьмы в мкг/мл.

Метод Б. Фильтр переносят в фарфоровый тигель, заливают 10-15 мл смеси концентрированных соляной и азотной: золот /З:Л/, помещают на электрическую плитку и растворяют осадок на фильтре при помешивании в течение 10-15 минут. Далее фильтр отывают стеклянной палочкой, промывают бидистилированной водой, сливая промывную жидкость в тот же тигель, фильтр удаляют. Раствор упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 15 мл 2 Н раствора соляной кислоты порциями по 5 мл. Кислород из раствора удаляют продуванием в течение 10 мин очищенным от него азотом.

Режим полярографирования: начальное поляризующее напряжение -0,05 в, скорость развертки 2 мв/сек, амплитуда 4 мв, период капания 3 сек, диапазон тока 5 а /Х + 100/.

Полярографируют часть исследуемого раствора пробы. В оставшуюся часть пробы добавляют стандартный раствор сурьмы. Содержание добавляемого стандарта рассчитывают на 1 мл пробы. При этом ник вещества должен увеличиться примерно в два раза.

Концентрацию сурьмы в воздухе в мг/м³ рассчитывают по формуле: /метод А/

$$X = \frac{H_1 \cdot V_1}{V_{20}}, \text{ где}$$

H_1 - количество сурьмы, найденное по калибровочному графику в 1 мл анализируемого раствора, мкг;

V_1 - объем анализируемого раствора, мл;

V_{20} - объем воздуха, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле / 1. приложение / 1 л.

Концентрацию сурьмы в воздухе вычисляют методом добавок /Х в мг/м³/ по формуле /метод Б/:

$$X = \frac{H_1 \cdot V_1 \cdot V_{20} \cdot V_{10}}{[(H_1 - H_2) \cdot V_p + H_2 \cdot V_{10}]} \cdot V_{20}, \text{ где}$$

y - концентрация добавленного стандартного раствора вещества, мкг/мл;

h_1 - высота пика анализируемого раствора, мм;

h_2 - суммарная высота пика, полученная после добавления раствора с известной концентрацией вещества в анализируемый объем, мм;

V_{st} - объем добавленного стандартного раствора вещества, мл;

V_p - объем анализируемого раствора пробы, помещенного в ячейку, мл;

V_{sp} - общий объем анализируемого раствора пробы, мл;

V_{air} - объем воздуха, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле /см. приложение/, л.

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.I6II		
-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.III2	I.II4I	L.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	ВНИИГиГиСо, 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