

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

Зайченко
А.И.ЗАЙЧЕНКО
"20" *августа* 1983 г.
"20" *августа* 1983 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
О-ДИХЛОБЕНЗОЛА И П-ДИХЛОБЕНЗОЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

о-Дихлорбензол $o\text{-C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2$

$M = 147,0$

Бесцветная жидкость. Плотность 1,304 при 20° , $T_{\text{пл}} = 24,8^{\circ}$,
 $T_{\text{кип}} = 72^{\circ}$. Растворяется в эфире, этиловом спирте, бензоле, ограниченно растворяется в воде.

п-Дихлорбензол $p\text{-C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2$

$M = 147,0$

Твердое вещество. Плотность 1,458 при $20,5^{\circ}$, $T_{\text{пл}} = 530^{\circ}$,
 $T_{\text{кип}} = 173,4^{\circ}$. Трудно растворим в воде и этиловом спирте, легко-
растворим в эфире.

I. Характеристика метода

Определение основано на образовании диминида глутаконового альдегида при взаимодействии нитропроизводных хлорбензола и пиридиника с анилином.

Отбор проб проводится с концентрированием в нитрационную смесь.

Предел измерения о-дихлорбензола 0,5 мкг, п-дихлорбензола - 1,0 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе о-дихлорбензола 2 мг/м³ /при отборе 5 л/, п-дихлорбензола - 4 мг/м³ /при отборе 5 л/.

Диапазон измеряемых концентраций для о-дихлорбензола - 2-40 мг/м³, для п-дихлорбензола - 4-40 мг/м³.

Определению не мешают хлор, хлористый водород, аммиак, толуилендицианат и толуилендиамин.

Определению мешают хлорбензол, бромбензол, трихлорбензол.

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

Предельно допустимая концентрация дихлорбензола в воздухе 20 мг/м³.

2. Реактивы и растворы

о-Дихлорбензол, ТУ 6-09-2613-72, Т_{кип} 179⁰С.

п-Дихлорбензол, МРТУ 6-09-1975-64, Т_{кип} 53⁰С.

Основной раствор. Во взвешенную мерную колбу на 25 мл с 5 мл нитрационной смеси вносят 25-30 мг орто- или п-дихлорбензола и вновь взвешивают. Осадок растворяют и мешают в кипящую водяную баню на 10 минут. По охлаждению объем жидкости доводят нитросмесью до метки и вычисляют содержание веществ в 1 мл раствора.

Стандартные растворы № 1, содержащие 100 мкг/мл /о-дихлорбензол/ и 200 мкг/мл /п-дихлорбензол/, готовят соответствующим разведением основного раствора разбавленной нитрационной смесью /1:1/.

Стандартные растворы № 2 и № 3, содержащие 50 мкг/мл и 10 мкг/мл о- и п-дихлорбензола, готовят соответствующим разведением стандартных растворов № 1 разбавленной нитрационной смесью /1:1/.

Растворы устойчивы в течение 5-8 суток.

Киолота серная, х.ч., ГОСТ 4204-77, пл. I, 835.

Аммоний азотнокислый, х.ч., ГОСТ 22867-77.

Нитрационная смесь. Растворяют 10 г высшенного при 80-85⁰С азотнокислого аммония в 100 мл серной кислоты, пл. I, 835.

Нитрационная смесь, разбавленная водой 1:1.

Натр едкий, х.ч., ГОСТ 4328-77, 40% раствор.

Пиридин, ч.д.а., ГОСТ I3647-78, очищенный.

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

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

Анилин, ч.д.а., ГОСТ 5819-78, перегнанный, $T_{\text{кпп}}$ 184,4⁰С.

3. Приборы и посуда

Фотоколориметр или спектрофотометр

Аспирационное устройство

Поглотительные сосуды Зайцева /малая модель/

Пробирки колориметрические, вноской 120 мм и внутренним диаметром 15 мм

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

Колбы мерные, ГОСТ I770-74, вместимостью 25 мл

Баня водяная.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,2-0,3 л/мин аспираируют через 2 поглотительных сосуда Зайцева, содержащих по 1 мл нитрационной смеси.

Для определения I/2 ЦДК достаточно отобрать I и воздуха в течение 3-4 минут /для о-дихлорбензола/ и 2 л воздуха в течение 6-7 минут /для п-дихлорбензола/.

Условия анализа

Полиститильные сосуды с пробой нагревают 10 мин при 100⁰С, охлаждают, пробу разбавляют 1 мл воды и сливают растворы обеих подготовительных сосудов вместе.

0,2 мл пробы вносят в колориметрическую пробирку, прибавляют 0,5 мл пиридина и нагревают 1 час при 100⁰С. После охлаждения приливают 0,5 мл 40% раствора щелочи и энергично встряхивают 1 мин. Через 5 мин. вносят 1 мл уксусной кислоты, 0,1 мл анилина, доводят объем жидкости водой до 8 мл, перемешивают до полного растворения осадка и через 5 минут фотометрируют при длине волн 485-495 нм в кювете с толщиной слоя 20 мм. Окраска растворов устойчива в течение 3 часов.

Содержание о-дихлорбензола и п-дихлорбензола в анализируемом объеме определяют по предварительно построенным градуировочным графикам. Для построения градуировочных графиков готовят шкалы стандартов, согласно таблицам 8, 9.

Таблица 8.

Шкала стандартов /о-дихлорбензол/

Номер	Стандартный раствор, содержащий 10 мкг/мл, мл	Стандартный раствор, содержащий 150 мкг/мл, мл	Нитроосмесь /I : I/	Содержание о-дихлорбензола, мкг
1	0	-	0,2	0
2	0,05	-	0,15	0,5
3	0,1	-	0,1	1
4	0,5	-	0	2
5	-	0,1	0,1	5
6	-	0,2	0	10

Таблица 9.

Шкала стандартов /п-дихлорбензол/

Номер	Стандартный раствор, мкг/мл, мкг	Стандартный раствор, содержащий 150 мкг/мл, мкг	Нитро- лосось 1/1:1/мл, мкг	Содержание п-дихлорбен- зола, мкг
1	0	-	0,2	0
2	0,1	-	0,1	1
3	0,2	-	0	2
4	-			
5	-	0,1	0,1	5
6	-	0,2	0	10

Шкалы стандартов обрабатывают аналогично пробам.

Концентрацию о-дихлорбензола или п-дихлорбензола в мг/м³ воздуха /Х/ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m \cdot V}{V_1 V_{10}} ; \text{ где}$$

- m - количество о- или п-дихлорбензола, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;
- V - общий объем пробы, мл;
- V_1 - объем пробы, взятый для анализа, мл;
- V_{10} - 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:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot (273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33}, \text{ где}$$

- 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 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