

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 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-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-оксиdifениламина 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 пятихлористой 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" *сентября* 1983 г.
 "22/51" 13

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
 О-ДИХЛОРБЕНЗОЛА И П-ДИХЛОРБЕНЗОЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

О-Дихлорбензол $\text{O-C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2$

$M = 147,0$

Бесцветная жидкость. Плотность 1,304 при 20° , $T_{\text{пл}} - 24,8^\circ$, $T_{\text{кип}} 172^\circ$. Растворяется в эфире, этиловом спирте, бензоле, ограниченно растворим в воде.

П-Дихлорбензол $\text{P-C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2$

$M = 147,0$

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 диаминида глутаминового альдегида при взаимодействии нитропропановых дихлорбензола и пиридина 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, толуиленизотиоцианат и толуиленидиамин.

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, $T_{кип}$ 179°C.

п-Дихлорбензол, МРТУ 6-09-1975-64, $T_{пл}$ 53°C.

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 охлаждении объем диклорбензола 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 нитросмесью /1:1/.

Растворы устойчивы в течение 2-8 суток.

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

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

Нитрационная смесь. Растворяют 10 г высушенного при 80-85°C 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 13647-78, очищенный.

Пиридин кипятят 1 ч в колбе с обратным холодильником над кристаллической щелочью /3-7 г щелочи на 100 мл пиридина/. Переохлаждают, предварительно добавляя 3-4 г щелочи на 100 мл пиридина, отбрасывают фракцию, кипящую при 114-116°C. Хранят в темном месте.

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

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

3. Приборы и посуда

Фотоколориметр или спектрофотометр

Аспирационное устройство

Поглотительные сосуды Зайцева /малая модель/

Пробирки колориметрические, высотой 120 мм и внутренним диаметром 15 мм

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

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 мл

Баня водяная.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

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

Для определения $I/2$ ЦДК достаточно отобрать 1 л воздуха в течение 3-4 минут /для о-дихлорбензола/ и 2 л воздуха в течение 6-7 минут /для п-дихлорбензола/.

Условия анализа

Полостительные сосуды с пробой нагревают 10 мин при 100°C , охлаждают, пробу разбавляют 1 мл воды и сливают растворы обеих полостительных сосудов вместе.

0,2 мл пробы вносят в колориметрическую пробирку, прибавляют 0,5 мл пиридина и нагревают 1 час при 100°C . 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 15 минут фотометрируют при длине волны 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.

| Номер стандарта | Шкала стандартов /о-дихлорбензол/ | | Нитроосеозь /I : I/ мл | Содержание о-дихлорбен- зола, мкг |
|-----------------|---|--|------------------------------|---|
| | Стандартный раствор, содержащий 10 мкг/мл, мл | Стандартный раствор, содержащий 150 мкг/мл, мл | | |
| 1 | 0 | - | 0,2 | 0 |
| 2 | 0,05 | - | 0,15 | 0,5 |
| 3 | 0,1 | - | 0,1 | 1 |
| 4 | 0,2 | - | 0 | 2 |
| 5 | - | 0,1 | 0,1 | 5 |
| 6 | - | 0,2 | 0 | 10 |

Таблица 9.

Шкала стандартов /п-дихлорбензол/

| Номер стан- дарты | Стандартный раст- вор, содержащий 10 мкг/мл, мл | Стандартный раст- вор, содержащий 150 мкг/мл, мл | Нитро- смесь 1/1:1/мл | 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 /X/ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{M \cdot V_1}{V \cdot V_{H_2}} ; \text{ где}$$

M - количество о- или п-хлорбензола, найденное в анализируемом объеме проб, мкг;

V_1 - общий объем проб, мл;

V - объем проб, взятый для анализа, мл,

V_{H_2} - 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, °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

институты, представивших методики 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 | 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, антазин | 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 | |
| п-Хлорфенилизонанат и п-хлорфенилизонанат | 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 | |