

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по измерению концентраций
вредных веществ в воздухе
рабочей зоны

(переработанные и дополненные техни-
ческие условия, ВЫПУСКИ № 6-7)

Москва, 1982 г.

Сборник методических указаний составлен на основе ранее опубликованных выпусков технических условий № 6-7. Включение в сборник методики переработаны в соответствии с требованиями ГОСТ'a 12.1.005-76. 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.

Методические указания подготовлены сотрудниками лаборатории санитарно-химических методов исследования Института гигиены труда и профессиональных заболеваний АМН СССР.

Редакционная коллегия: М.Д.Баюна, С.И.Муравьева,
Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

Утверждаю

Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

А.И.Замченко

№ 12-14666-194т.

№ 1616

МЕТОДИЧЕСКОЕ УКАЗАНИЕ

ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ЦИКЛОПЕНТАДИЕНА
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

$\text{CH}_2=\text{CHCH}=\text{CHCH}_2$

$M = 66,10$

1. Характеристика метода

Определение основано на реакции циклопентадиена с 1,4-динитробензолом в щелочной среде.

Отбор проб проводится с концентрированием в диметилформамид.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 1 мкг.

Предел измерения в воздухе - 0,4 мг/м³ (при отборе 3 л).

Диапазон измеряемых концентраций 0,2-4,1 мг/м³.

Определению не мешает дициклопентадиен. Мешают карбонильные соединения в количестве более 30 мкг.

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

Предельно допустимая концентрация циклопентадиена в воздухе - 5 мг/м³.

2. Реактивы и растворы

Циклопентадиен, ТУ ТСТ 1092р-63, ч.

Основной раствор циклопентадиена, с содержанием 100 мкг/мл.

Готовят растворением 0,01 г циклопентадиена в 100 мл диметилформамида.

Стандартный раствор с содержанием 10 мкг/мл. Готовят соответствующим разбавлением основного раствора диметилформамидом.

Диметилформамид, ТУ 7П-11-69, х.ч. Если контрольным раствором при приготовлении стандартной шкалы в течение 5 мин приобретает бурую окраску, к диметилформамиду добавляют борной кислоты /1,2-1,3% по весу/, перемешивают и перегоняют при 10-30 мм рт.ст.

Кислота борная, ГОСТ 9656-61, х.ч.

1,4-динитробензол, ТУ 6-09-263-70, ч., 0,2% раствор в диметилформамиде.

Кали едкое, ГОСТ 4203-65, х.ч., 10% раствор.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр

Поглотительные сосуды с пористой пластинкой

Пробирки колориметрические, плоскодонные, из бесцветного стекла, высотой 120 мм и внутренним диаметром 15 мм

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

Весы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50 и 100 мл

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух аспирируют со скоростью 0,3 л/мин через поглотительный сосуд с пористой пластинкой, содержащий 5 мл диметилформамида.

Для определения 1/2 ПДК циклопентадена достаточно отобрать 1 л воздуха в течение 3-4 мин.

Условия анализа

Из каждого поглотительного сосуда по 4 мл пробы переносят в колориметрические пробирки, добавляют по 0,2 мл 0,25% раствора 1,4-динитробензола и 0,2 мл 10% раствора едкого кали. Содержимое

пробирок встряхивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 600 нм в кювете с толщиной слоя 1 см.

Содержание циклопентадиена в анализируемом объеме раствора находят по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения графика готовят шкалу стандартов, согласно таблице 37.

Таблица 37

Шкала стандартов

| Номер стандарта | Стандартный раствор циклопентадиена с содержанием 10 мкг/мл, мл | Диметилформамид, мл | Содержание циклопентадиена, мкг. |
|-----------------|---|---------------------|----------------------------------|
| 1 | 0 | 4 | 0 |
| 2 | 0,1 | 3,9 | 1 |
| 3 | 0,2 | 3,8 | 2 |
| 4 | 0,4 | 3,6 | 4 |
| 5 | 0,5 | 3,5 | 5 |
| 6 | 0,8 | 3,2 | 8 |
| 7 | 1,0 | 3,0 | 10 |

Шкалу стандартов обрабатывают аналогично пробам.

Концентрацию циклопентадиена в мг/м^3 воздуха X вычисляют по формуле:

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

q — количество циклопентадиена, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг.

V_1 — общий объем пробы, мл.

V — объем пробы, взятый для анализа, мл.

V_{20} — объем воздуха, л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение I).

Приложение I.

**Формула приведения объема воздуха
к стандартным условиям**

Согласно требованиям ГОСТ'a 12.1.005-76 объем отобранного воздуха приводит к стандартным условиям - температуре 20°C и барометрическому давлению 101,33 кПа /760 мм рт.ст./ по формуле:

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

V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, кПа;

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °C.

Для упрощения расчетов используются коэффициенты K /приложение 2/, вычисленными для температур в пределах от минус 30 до плюс 30°C и давлений от 97,33 до 101,86 кПа /730-764 мм рт.ст./.

Приложение 2

Коэффициенты К для приведения объема воздуха к стандартным условиям.

| °C | Давление P, кПа/мм.рт.ст. | | | | | | | | | |
|-----|---------------------------|-----------|----------|-----------|-----------|---------|------------|------------|------------|------------|
| | 97,23/730 | 97,85/734 | 98,4/738 | 98,93/742 | 99,46/746 | 100/750 | 100,52/754 | 101,06/758 | 101,53/760 | 101,96/764 |
| -30 | 1,1582 | 1,1646 | 1,1709 | 1,1772 | 1,1836 | 1,1899 | 1,1963 | 1,2026 | 1,2088 | 1,2122 |
| -26 | 1,1393 | 1,1456 | 1,1519 | 1,1581 | 1,1644 | 1,1705 | 1,1768 | 1,1831 | 1,1882 | 1,1925 |
| -22 | 1,1212 | 1,1274 | 1,1336 | 1,1396 | 1,1458 | 1,1519 | 1,1581 | 1,1643 | 1,1673 | 1,1735 |
| -18 | 1,1036 | 1,1097 | 1,1158 | 1,1218 | 1,1278 | 1,1338 | 1,1399 | 1,1460 | 1,1490 | 1,1551 |
| -14 | 1,0866 | 1,0926 | 1,0986 | 1,1045 | 1,1105 | 1,1164 | 1,1224 | 1,1284 | 1,1313 | 1,1373 |
| -10 | 1,0701 | 1,0760 | 1,0819 | 1,0877 | 1,0936 | 1,0994 | 1,1053 | 1,1112 | 1,1141 | 1,1200 |
| -6 | 1,0540 | 1,0599 | 1,0657 | 1,0714 | 1,0772 | 1,0829 | 1,0887 | 1,0945 | 1,0974 | 1,1032 |
| -2 | 1,0385 | 1,0442 | 1,0499 | 1,0556 | 1,0613 | 1,0669 | 1,0725 | 1,0784 | 1,0812 | 1,0869 |
| 0 | 1,0309 | 1,0366 | 1,0423 | 1,0477 | 1,0535 | 1,0591 | 1,0648 | 1,0705 | 1,0733 | 1,0789 |
| +2 | 1,0234 | 1,0291 | 1,0347 | 1,0402 | 1,0459 | 1,0514 | 1,0571 | 1,0627 | 1,0655 | 1,0712 |
| +6 | 1,0087 | 1,0143 | 1,0198 | 1,0253 | 1,0309 | 1,0363 | 1,0419 | 1,0475 | 1,0502 | 1,0557 |
| +10 | 0,9944 | 0,9999 | 1,0054 | 1,0108 | 1,0162 | 1,0216 | 1,0272 | 1,0326 | 1,0353 | 1,0407 |
| +14 | 0,9806 | 0,9860 | 0,9914 | 0,9967 | 1,0027 | 1,0074 | 1,0128 | 1,0183 | 1,0209 | 1,0263 |
| +18 | 0,9671 | 0,9725 | 0,9778 | 0,9830 | 0,9884 | 0,9936 | 0,9999 | 1,0043 | 1,0069 | 1,0122 |
| +20 | 0,9605 | 0,9658 | 0,9711 | 0,9763 | 0,9816 | 0,9868 | 0,9921 | 0,9974 | 1,0000 | 1,0053 |
| +22 | 0,9539 | 0,9592 | 0,9645 | 0,9696 | 0,9749 | 0,9800 | 0,9853 | 0,9906 | 0,9932 | 0,9985 |
| +24 | 0,9475 | 0,9527 | 0,9579 | 0,9631 | 0,9683 | 0,9735 | 0,9787 | 0,9839 | 0,9865 | 0,9917 |
| +26 | 0,9412 | 0,9464 | 0,9516 | 0,9566 | 0,9618 | 0,9669 | 0,9721 | 0,9773 | 0,9799 | 0,9851 |
| +28 | 0,9349 | 0,9401 | 0,9453 | 0,9503 | 0,9555 | 0,9605 | 0,9657 | 0,9708 | 0,9734 | 0,9785 |
| +30 | 0,9287 | 0,9339 | 0,9391 | 0,9440 | 0,9492 | 0,9542 | 0,9594 | 0,9645 | 0,9670 | 0,9723 |
| +34 | 0,9167 | 0,9218 | 0,9268 | 0,9318 | 0,9368 | 0,9418 | 0,9468 | 0,9519 | 0,9544 | 0,9595 |
| +38 | 0,9049 | 0,9099 | 0,9149 | 0,9198 | 0,9248 | 0,9297 | 0,9347 | 0,9397 | 0,9421 | 0,9471 |

Приложение 9

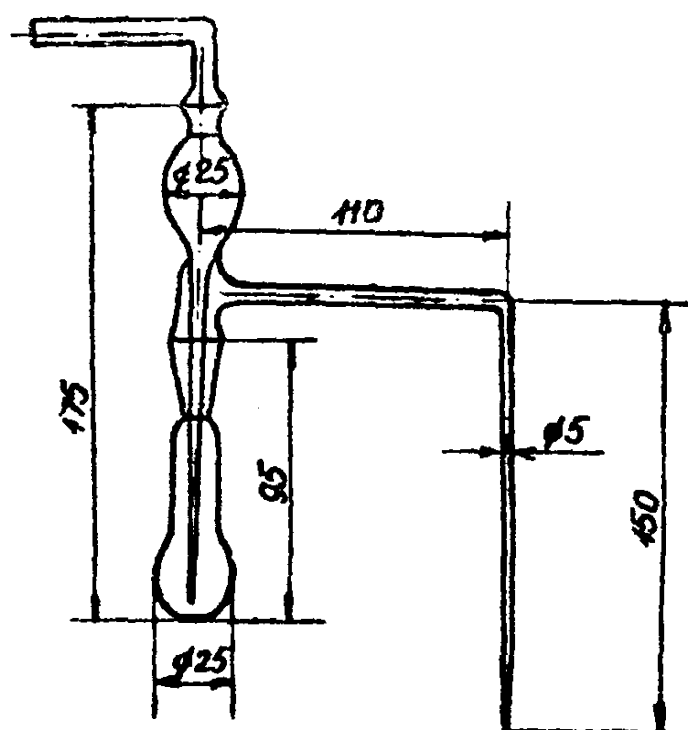


Рис. I Прибор для измерения хлорорганических
летучих веществ

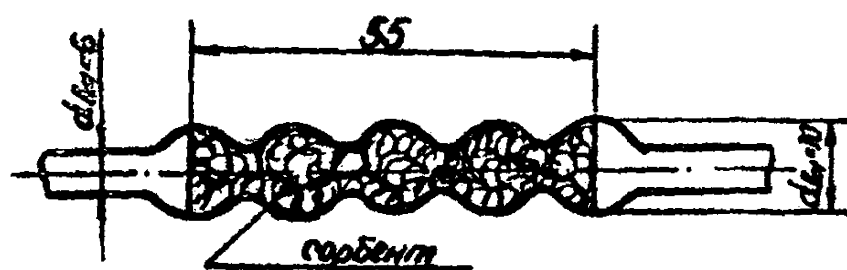


Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

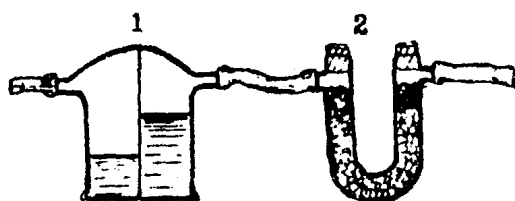


Рис. 3 Очистительная система. 1-сепаратор Тиссенко, 2- поглотитель с натронной известью.

Приложение 4.

Список институтов, представивших новые методики
в данный сборник

| Наименование методики | ! | Наименование института |
|--|---|---|
| 1 | ! | 2 |
| Фотометрическое определение акрилонитрила | | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Газохроматографическое определение акриловой и метакриловой кислот | | " - " |
| Фотометрическое определение аллилового спирта | | " - " |
| Фотометрическое определение хлористого метила и хлористого этила | | " - " |
| Фотометрическое определение 3,4-дихлорпропиона. л.ида | | " - " |
| Фотометрическое определение толуолдиаминна | | " - " |
| Спектрофотометрическое определение карбазола | | Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Фотометрическое определение кротонного альдегида | | Штаб военизированных горноспасательных частей Урала /г. Свердловск/ |
| Фотометрическое определение 1- и 2-метилнафталинов | | Донецкий институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Фотометрическое определение аценафтена | | " - " |
| Фотометрическое определение коллидина | | " - " |
| Газохроматографическое определение метилнафталина и нафталина | | Ангарский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Фотометрическое определение хлорной ртути /с улемы/ | | " - " |

| 1 | 1 | 2 |
|---|--|---|
| Определение хлорной ртути методом атомно-абсорбционного анализа | Лугарский институт гигиены труда и профзаболеваний | |
| Газохроматографическое определение нафталина | Белорусский санитарно-гигиенический институт | |
| Определение ртутьорганических соединений | Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний | |
| Фотометрическое определение афироульфоната | " - " | |
| Хроматографическое определение этилртутихлорида | ВНИИГИНТОКС | |
| Фотометрическое определение этилртутихлорида | Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний | |
| Фотометрическое определение ди-хлорэтана | Новосибирский санитарный институт | |
| Фотометрическое определение окиси азота | " - " | |