

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 ГОСТа 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.Бабина, С.И.Муравьева,  
Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

А.И.ЗАЛИНКО

"12" июня 1982 г.№ 1234

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ХЛОРИСТОГО МЕТИЛА  
И ХЛОРИСТОГО ЭТИЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ  
ЗОНЫ

Хлористый метил  $\text{CH}_3\text{Cl}$   $M=50,48$

Хлористый этил  $\text{C}_2\text{H}_5\text{Cl}$   $M=64,51$

I. Характеристика метода

Определение основано на образовании полиметиленового красителя при взаимодействии алифатических хлорпроизводных с пиридином и анилином в кислой среде.

Отбор проб проводится с концентрированием в пиридин.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы хлористого метила - 0,5 мкг, хлористого этила - 1,5 мкг.

Пределы измерения в воздухе хлористого метила - 2,5  $\text{мг}/\text{м}^3$ , хлористого этила - 15  $\text{мг}/\text{м}^3$  /при отборе соответственно 0,2 и 0,1 л воздуха/.

Диапазоны измеряемых концентраций хлористого метила 2,5-50  $\text{мг}/\text{м}^3$ , хлористого этила - 15-300  $\text{мг}/\text{м}^3$ .

Определению не мешают хлор и хлористый водород, хлористый метилен, четыреххлористый углерод, 1,2-дихлорэтан, хлор-

тикрин, фосген, хлористый винил, хлористый изопропил, хлорбензол. Другие галоидпроизводные метана, этана, ацетона дают такую же реакцию.

Граница суммарной погрешности измерения хлористого метила и хлористого этила  $\pm 25\%$ .

Предельно допустимая концентрация в воздухе хлористого метила - 5 мг/м<sup>3</sup>, хлористого этила - 50 мг/м<sup>3</sup>.

## 2. Реактивы и растворы.

Хлористый метил, т.кип. - 24,1°.

Хлористый этил, т.кип. - 38-39°.

Основной раствор хлористого метила. Во взвешенную мерную колбу емкостью 25 мл с 5 мл пиридина вносят 0,1 мл хлористого метила, охлажденного до минус 50-60° и вновь взвешивают. Раствор перемешивают, вносят 1,2 мл воды и доводят жидкость пиридином до метки. Раствор сохраняется 2 суток.

Стандартный раствор хлористого метила. Готовят разбавлением пиридином основного раствора с содержанием 5 мкг/мл, сохраняющийся в течение 10 часов.

Основной раствор хлористого этила. Во взвешенную колбу с 5 мл пиридина вносят 0,1 мл хлористого этила, охлажденного до минус 2° - 3°, и вновь взвешивают. Раствор перемешивают, переворачивая колбу, и доводят пиридином до метки. Раствор сохраняется 3 суток.

Стандартный раствор хлористого этила. Готовят разбавлением пиридином основного раствора с содержанием 15 мкг/мл. Раствор сохраняется в течение 10 часов.

Пиридин, ГОСТ 13647-78. Кипятят 1 час с обратным холодильником над кристаллической едкой щелочью. Затем перегоняют, до-

базив кристаллическую щелочь и отбирают фракцию, выкипающую в пределах II4-II5<sup>0</sup>. Хранят в темной склянке.

Анилин ГОСТ 5819-78. Окрашенный продукт перегоняют.

Едкий натр ГОСТ 4328-66, I н. раствор.

Уксусная кислота ГОСТ 61-73, х.ч. ледяная.

Индикаторная вата. Гигроскопическую вату промывают горячим этиловым спиртом, затем водой и сушат при 85-90<sup>0</sup>. Погружают 10 г ваты на 20 мин. в раствор 40 г юодистого калия в 100 мл воды. Отжимают между листами фильтровальной бумаги и сушат при указанной температуре. Вату используют для улавливания примеси хлора / брома /.

### 3. Посуда и приборы.

Фотоаллектроколориметр или спектрофотометр.

Шприцы, емкостью 100-150 мл

Колбы мерные, ГОСТ 17.3-74, емкостью 25 мл.

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

### 4. Проведение измерения.

#### Условия отбора проб воздуха.

На более 200 мл воздуха при определении юодистого метиля или 100 мл - юодистого этила аспирируют с помощью шприца через один лог-жительный сосуд Зайцева, содержащий 2 мл пиридиния при охлаждении до 3-7<sup>0</sup>. Скорость отбора пробы 200 мл/мин.

В присутствии хлора / брома / перед поглотительным сосудом устанавливают стеклянную трубку / пламетром 6-7 м /, заполненную 0,2-0,3 г индикаторной ваты. Трубку заменяют в том случае, если окрашенный слой яода, выцелившегося от действия галогена на юодистый калий, достигнет гордина слоя ваты.

## Условия анализа.

Определение хлористого метила. Пробу количественно сливают в пробирку и нагревают 5 мин. при  $100^{\circ}$  / пробирку нешлотью закрывают стеклянной пробкой /. Перемешивают, переворачивая пробирку, вносят 0,5 мл раствора щелочи и нагревают 45 мин. при  $100^{\circ}$ . После охлаждения подкисляют 0,5 мл уксусной кислоты, вносят 0,1 мл анилина и разбавляют смесь водой до объема 4 мл. Через 15 мин. окрашенный в желто-оранжевый цвет раствор фотометрируют в кювете с толщиной слоя 1 см при длине волны 485-495 нм. Содержание хлористого метила в анализируемом объеме находят по градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице. Стандартная шкала сохраняется без изменения в течение 3 ч. Через 20 ч. интенсивность окраски снижается на 10-15%.

Определение хлористого этила. Пробу количественно сливают в пробирку, вносят 0,5 мл раствора щелочи и нагревают 1 ч при  $100^{\circ}$ . Дальнейший ход анализа аналогичен вышеописанному.

Таблица 36

## Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор, мл	Придели, мл	Содержание вещества, мг	
			Хлористый метил	Хлористый этил
1	0	2,0	0	0
2	0,1	1,9	0,5	1,5
3	0,2	1,8	1,0	3,0
4	0,4	1,6	2,0	6,0
5	0,8	1,2	4,0	12,0
6	1,2	0,8	6,0	18,0
7	2,0	0	10,0	30,0

Концентрацию хлорированных углеводородов в  $\text{мг}/\text{м}^3$  воздуха

( X ) вычисляют по формуле:

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

W - количество вещества, найденное в анализируемом объеме раствора, мкг;

V - объем пробы, взятый для анализа, мл;

V<sub>1</sub> - общий объем пробы, мл;

V<sub>20</sub> - объем аспирируемого воздуха, приведенный к стандартным условиям / см. Приложение I /, л.

## Приложение I.

Формула приведения объема воздуха  
к стандартным условиям

Согласно требованиям ГОСТа 12.1.005-76 объем отобранного воздуха приводят к стандартным условиям – температуре 20<sup>0</sup>С 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, <sup>0</sup>С.

Для упрощения расчетов пользуются коэффициентами  $K$  /приложение 2/, вычисленными для температур в пределах от минус 30 до плюс 30<sup>0</sup>С 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 Р, кПа/м.рт.ст.									
	97,33/730	97,86/734	98,4/738	98,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,53/760	101,86/764
-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	1,0665	1,0712
+6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0476	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	0,9820	0,9834	0,9936	0,9999	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9863	0,9911	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9952	0,9995
+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	0,9765
+30	0,9286	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9646	0,9670	0,9729
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9596
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9431	0,9471

## Приложение 9

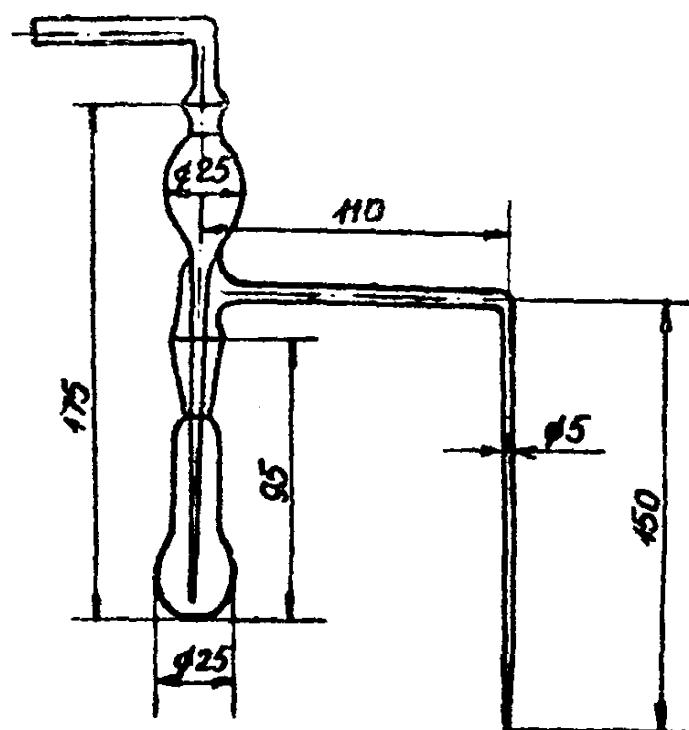
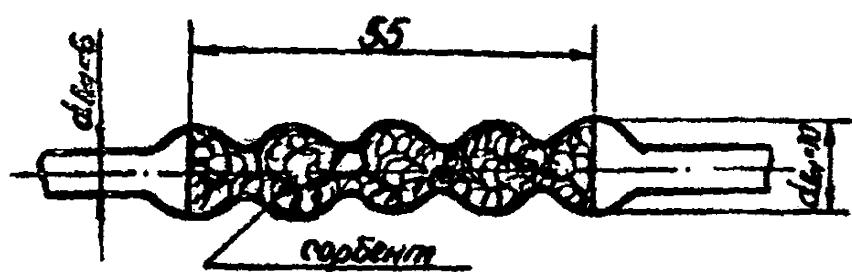


Рис. I Прибор для сушки хлорорганических ядомийков



Фиг. 2 Гофрированная стеклянная трубка

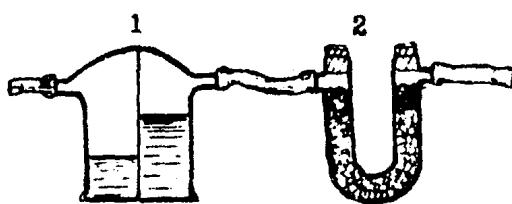


Рис. 3 Очистительная система. 1-склянка Тицяко,  
2- поглотитель с нейтронной известью.

## Приложение 4.

Список институтов, представивших новые методики  
в данный сборник

Назначение методики	!	Назначение института
1	!	2
Фотометрическое определение акрилонитида		Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение акриловой и метакриловой кислот		" - "
Фотометрическое определение алилового спирта		" - "
Фотометрическое определение хлористого метила и хлористого этила		" - "
Фотометрическое определение 3,4-дихлорпропиона и яида		" - "
Фотометрическое определение толуилендиамина		" - "
Спектрофотометрическое определение карбазола		Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение кротонового альдегида		Штаб военизированных горноспасательных частей Урала /г. Свердловск/
Фотометрическое определение 1- и 2-метилнафтилов		Донецкий институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение аценафтиена		" - "
Фотометрическое определение коллидина		" - "
Газохроматографическое определение метилнафтилина и нафтилина		Ангарский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение хлорной ртути /сургучи/		" - "

	1	2
Определение хлорной ртути методом атомно-абсорбционного анализа		Лигарский институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение нафтальина		Бакорусский санитарно-гигиенический институт
Определение ртутьорганических лиохимиков		Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение эфирсульфоната		" "
Хроматографическое определение этилмеркурхлорида		ЛЕННИНГРАДТОКС
Фотометрическое определение этилмеркаптана		Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение этилхлорэтана		Новосибирский санитарный институт
Фотометрическое определение окиси мезитана		" "