

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 врача СССР

А.И.Балченко

"15" - 1982 г.

• № 2341

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ НИТРОФОРМА
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

СН(IV)

M=151,04

1. Характеристика метода

Основано на образовании окрашенной гидрофобной соли при взаимодействии роданина С с анионом аци-формы нитроформа, экстракция соли толуолом и спектрофотометрическом измерении окраски толуольного раствора.

Отбор проб проводится с концентрированием нитроформа на силикагель.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 0,5 мкг.

Предел измерения в воздухе - 0,1 мг/м³ (при отборе 10 л).

Диапазон измеряемых концентраций нитроформа - 0,1-1,6 мг/м³.

Определение не мешают окислы азота.

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

Предельно допустимая концентрация нитроформа в воздухе - 0,5 мг/м³.

2. Реактивы и растворы

нитроформа, перегоняния.

Основной раствор нитроформа. В мерную колбу, объемом 25 мл, вносят 15 мл дистиллированной воды и взвешивают на консистенционных

весах. Добавляют 2-3 капли нитроформа и взвешивают вторично. Содержимое колбы доводят до метки дистиллированной водой и перемешивают. По разности между вторым и первым весом определяют на веску нитроформа и вычисляют содержание его в 1 мл раствора.

Стандартный раствор, содержащий 10 мгк/мл нитроформа. Готовят соответствующим разбавлением основного раствора дистиллированной водой.

Кислота соляная, ГОСТ ЗИИ8-67, х.ч., пл. I, I9 и 20% раствор. Толуол, ГОСТ 5789-69, ч.д.а.

Мочевина, ГОСТ 669I, ч.д.а., насыщенный раствор. 100 г. мочевину растворяют при нагревании в 100 мл дистиллированной воды и фильтруют.

Родамин С, ТУ РУ 856-53, 0,1% раствор в 20% растворе соляной кислоты.

Силикагель марки АСИ (фракция 0,1-0,5 мм). Силикагель кипятят 2 часа с концентрированной соляной кислотой, отмывают водой до отрицательной реакции на ион хлора, сушат и активируют 2 часа при 400°C.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Спектрофотометр или фотоколориметр.

V - образные стеклянные трубы.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 и 50 мл.

Пипетки, ГОСТ 20202-74, емкостью 1,2,5 и 10 мл.

Пробирки колориметрические с пришлифованной пробкой высотой 120 мм и внутренним диаметром 15 мм.

4. Проведение измерений

Воздух аспирируют со скоростью 1 л/мин через "U"-образную трубку с 2 г очищенного силикагеля.

Для определения 1/2 н.к. нитроформа достаточно отобрать 5 г воздуха в течение 5 мин.

Условия анализа

Силикагель переносят в небольшой стакан и обрабатывают с раза по 5 мл дистиллированной водой. Промывные растворы сливают вместе. По 5 мл раствора вносят в колориметрические пробирки. Прибавляют по 0,2 мл 20% раствора соляной кислоты, 1 мл 0,1% раствора роданина С и 0,5 мл насыщенного раствора мочевины. После добавления каждого реагента раствора перемешивают. Затем добавляют 5 мл толуола, закрывают пробкой и взбалтывают. Толуольный раствор отделяют от водного и измеряют оптическую плотность окрашенных растворов на спектрофотометре при длине волны 540 нм в ювете с толщиной слоя 10 мм.

Содержание нитроформа в анализируемом объеме раствора находят по предварительно построенному градиуровочному графику. Для построения градиуровочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице 27.

Таблица 27

Шкала стандартов

| # стандарта | Стандартный раствор с дистиллированной водой, мл | Содержание нитроформа, мкг |
|-------------|--|----------------------------|
| I | 0 | 0 |
| 2 | 0,05 | 0,5 |
| 3 | 0,1 | 1 |
| 4 | 0,2 | 2 |
| 5 | 0,4 | 4 |
| 6 | 0,8 | 8 |
| 7 | 0,9 | 9 |

Пробирки шкалы стандартов обрабатывают аналогично пробам.

Концентрацию нитроформа в мг/м³ воздуха /*X/* вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g \cdot V_i}{V \cdot V_{20}} , \text{ где}$$

g - количество нитроформа, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_i - общий объем пробы, мл;

V - объем пробы, взятый для анализа;

V₂₀ - объем воздуха, л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение).

Приложение I.

**Формула приведения объема воздуха
к стандартным условиям**

Согласно требованиям ГОСТа И2.1.005-76 объем отобранного воздуха приводят к стандартным условиям – температуре 20⁰С и барометрическому давлению 101,33 кПа /760 мм рт.ст./ по формуле:

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

V_t – объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P – барометрическое давление, кПа;

t – температура в воздухе в месте отбора пробы, ⁰С.

Для упрощения расчетов пользуются коэффициентами K /приложе-
ние 2/, вычисленными для температур в пределах от минус 30 до
плюс 30⁰С 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 | 1,1343 | 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

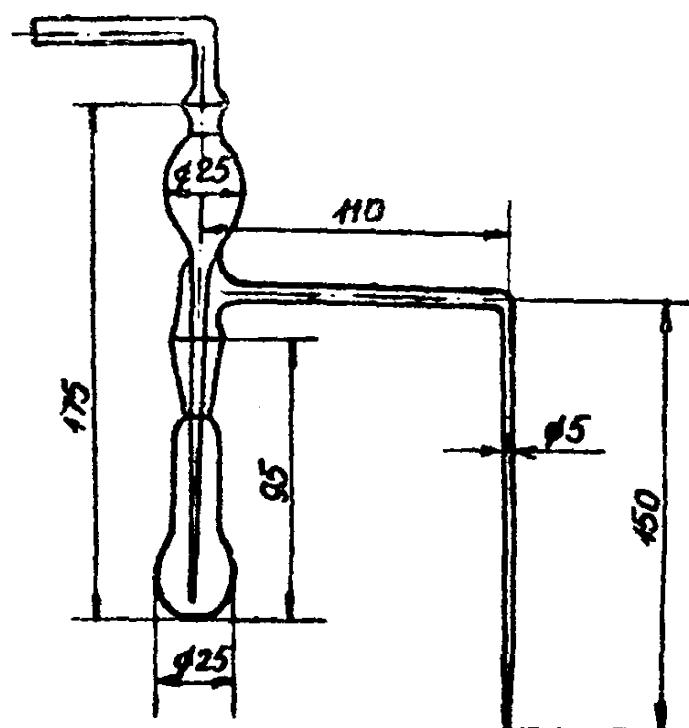
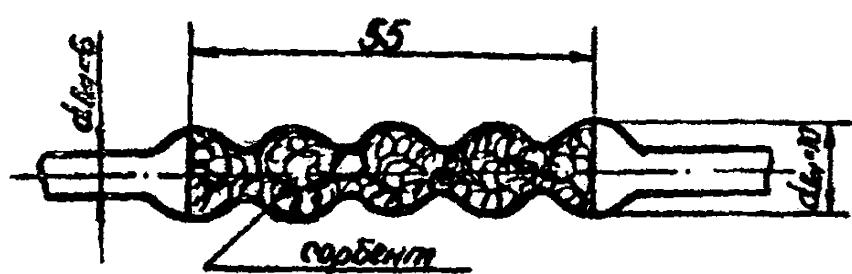


Рис. I Прибор для сушки хлорорганических ядомийков



Фиг. 2 Гофрирование стеклянной трубы

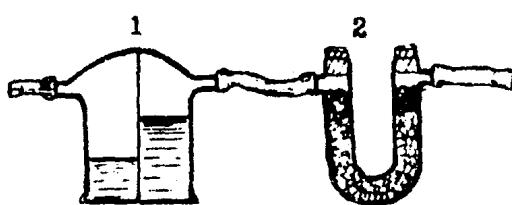


Рис. 3 Очистительная система. 1-склянка Тицяко,
2- поглотитель с натронной известью.

Приложение 4.

Список институтов, представивших новые методики
в данный сборник

| Найменование методики | ! | Найменование 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 гигиени 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 шафтации | | Бакинский санитарно-гигиенический институт |
| Определение ртутьорганических лиохимиков | | Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Фотометрическое определение эфирсульфоната | | " " |
| Хроматографическое определение этилмеркурхлорида | | Ленинградское ОИИМГИТОКС |
| Фотометрическое определение этилмеркаптана | | Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Фотометрическое определение этилхлорэтана | | Новосибирский санитарный институт |
| Фотометрическое определение окиси мезитана | | " " |

СОДЕРЖАНИЕ

ОГЭ...

| | |
|---|----|
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций тиофенфена в воздухе | 1 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций ацетальдегида в воздухе | 2 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акрилонитрила в воздухе | 12 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акриловой и метакриловой кислот в воздухе | 16 |
| Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций акриловой и метакриловой кислот в воздухе | 20 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аллилового спирта в воздухе | 24 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций первичных алифатических аминов в воздухе . . | 28 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 2-амино-1,3,5-триметилензола в воздухе . . | 33 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-анизидина в воздухе | 36 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций бериллия в воздухе | 40 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилтолуола в воздухе | 45 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дихлорэтана в воздухе | 49 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диоксана в воздухе | 53 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дикумилметана в воздухе | 58 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диэтилового эфира терефталевой кислоты в воздухе | 62 |

| | |
|--|-----|
| Методические указания по фотометрическому измерению концентрации динитрида ацидиновой кислоты в воздухе | 66 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3,4-дихлорпропионатилата в воздухе | 71 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентрации изопрена в воздухе | 75 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций суммы карбонилов кобальта и продуктов их разложения в воздухе | 80 |
| Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций карбазола в воздухе | 84 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентрации коллидина | 88 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций карбона, тиодана, атразина и хлоразина в воздухе | 91 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций кротонового альдегида в воздухе | 100 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций малеинового ангидрида в воздухе | 105 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций окиси мезитила в воздухе | 109 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 1- и 2-метилнафталинов в воздухе | 113 |
| Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилнафталина и нафталина в воздухе . | 117 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нафталина в воздухе | 121 |
| Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций нафталина в воздухе | 125 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нитроформа в воздухе | 129 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций пентахлорацетона и гексахлорацетона | 133 |