

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.Бабяна, С.И.Муравьева,
Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государст-
венного санитарного врача СССР

А.И. ЗАЙЧЕНКО

" 14 " март 1982 г.

№ 2580

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ СУММЫ
КАРБОНИЛОВ КОБАЛЬТА И ПРОДУКТОВ ИХ РАЗЛОЖЕНИЯ В
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Гидрокарбонилы кобальта $\text{Co/CO}_4\text{H}$ $M=171,93$

Карбонилы кобальта $\text{Co}[\text{CO}_4]_2$ $M=282,93$

1. Характеристика метода

Определение основано на поглощении карбониллов и гидрокарбониллов кобальта и продуктов их разложения на воздухе азотной кислотой. Ионы кобальта определяют фотометрически по реакции с нитрозо-Р-солью.

Отбор проб проводится с концентрированием в азотную кислоту.

Предел измерения карбониллов кобальта в анализируемом объеме 0,5 мкг.

Предел измерения карбониллов кобальта в воздухе - 0,008 мг/м³ /при отборе 60 л/.

Диапазон измеряемых концентраций 0,008-0,16 мг/м³.

Определению мешают соединения, реагирующие с нитрозо-Р-солью в данных условиях анализа.

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

Предельно допустимая концентрация карбонильов, гидркарбонильов кобальта и продуктов их распада / по Co / - $0,01 \text{ мг/м}^3$.

2. Реактивы и растворы.

Кобальт сернокислый, $/\text{CoSO}_4 \cdot 7 \text{ H}_2\text{O} /$, ГОСТ 4462-68, х.ч., перекристаллизованный.

Основной раствор кобальта, содержащий 1 мг/мл . $0,4770 \text{ г}$ перекристаллизованного сернокислого кобальта растворяют в подкисленной воде, вносят в мерную колбу емкостью 100 мл и доводят этой же водой до метки.

Стандартный раствор кобальта с содержанием 10 мкг/мл готовят перед употреблением соответствующим разбавлением основного раствора.

Азотная кислота, ГОСТ 4461-67, уд.вес $1,4$ и разведенная $1:1$.

Дистиллированная вода, подкисленная / $0,5 \text{ мл}$ разведенной азотной кислоты на 1 л воды /.

Натрий уксуснокислый, ГОСТ 196-68, 40% раствор.

Нитрозо-Р-соль, ГОСТ 10563-63, $0,1\%$ раствор / сохраняется в темной склянке несколько месяцев /.

3. Приборы и посуда.

Фотоколориметр или спектрофотометр.

Аспирационное устройство.

Поглотительные сосуды Рихтера.

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

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

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью $1-5 \text{ мл}$.

4. Проведение измерения.

Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 2 л/мин. аспирируют через два последовательно соединенные поглотительные сосуды, содержащие по 10 мл азотной кислоты.

Для определения $I/2$ ЦДК необходимо отобрать 100 л воздуха в течение 50 минут. Между аспирационным устройством и поглотительными сосудами ставят колонку с кусочками натронной извести и стеклянной ватой для поглощения паров азотной кислоты.

Условия анализа.

Содержимое поглотительных сосудов выливают в фарфоровые чашки. Сосуды ополаскивают 2 мл азотной кислоты /уд.вес 1,4 / и сливают в те же чашки. Растворы выпаривают досуха на водяной бане. Если осадок почернел, его обрабатывают 10 мл соляной кислоты и вновь выпаривают. В этих же условиях проводят "холостое" определение с 10 мл азотной кислоты. После выпаривания осадок в чашках растворяют в 5 мл теплой подкисленной воды, при перемешивании стеклянной палочкой. Растворы переносят в колориметрические пробирки, прибавляют по 2 мл раствора уксуснокислого натрия и по 1 мл раствора нитрозо-Р-соли, тщательно взбалтывают и помещают их на 3 минуты в кипящую водяную баню. Затем во все пробирки вносят по 2 мл азотной кислоты $I:I$ /, перемешивают и через 20 минут фотометрируют при длине волны 420 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм.

Содержание кобальта в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице 19.

Таблица 19

Шкала стандартов

Номер стан- дарта	Стандартный раствор с содержанием 10 мкг/мл, мл	Подкисленная вода, мл	Содержание ко- бальта, мкг
1	0	5	0
2	0,05	4,95	0,5
3	0,1	4,9	1
4	0,2	4,8	2
5	0,3	4,7	3
6	0,4	4,6	4
7	0,5	4,5	5
8	0,6	4,4	6
9	0,8	4,2	8
10	1,0	4,0	10

Шкалу стандартов обрабатывают аналогично пробам.

Концентрацию кобальта в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{\psi \cdot V_1}{V \cdot V_{\text{в}}}, \text{ где}$$

ψ — количество кобальта, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_1 — общий объем пробы, мл;

V — объем пробы, взятый для анализа, мл;

$V_{\text{в}}$ — объем воздуха /л/, взятый 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./.

Коэффициенты К для приведения объема воздуха к стандартным условиям.

°C	Давление P, Па/мм.рт.ст.									
	97,33/730	97,85/734	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	1,2058	1,2122
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	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

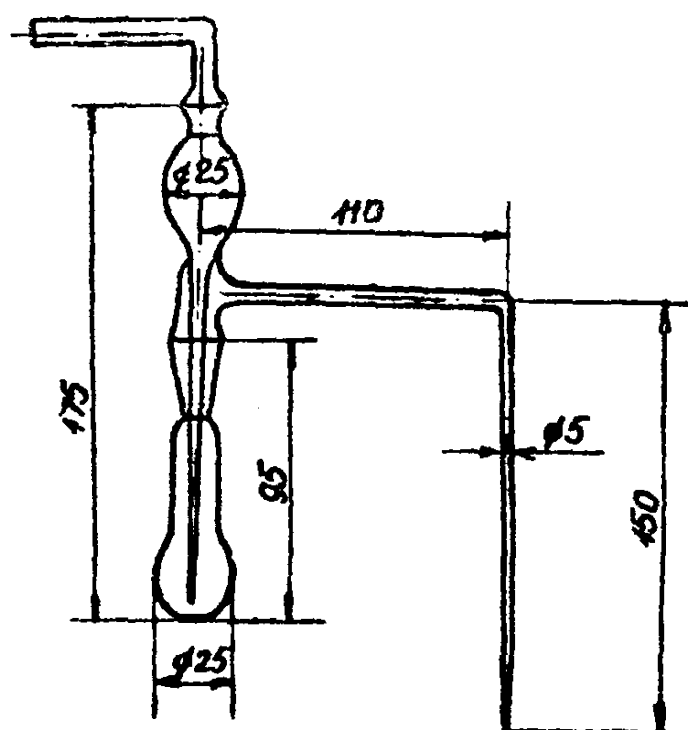


Рис. I Прибор для сжигания хлорорганических соединений

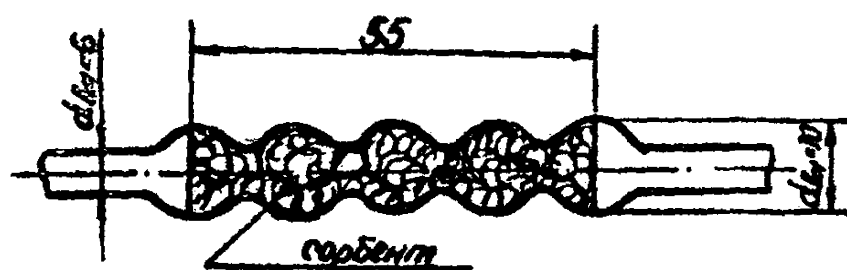


Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

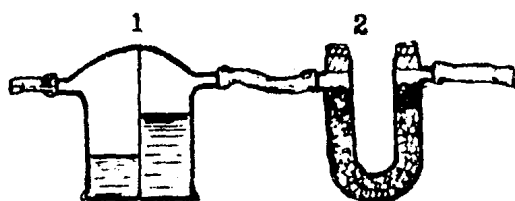


Рис. 3 Очистительная система. 1-сепаратор Тиссенко, 2- поглотитель с натронной известью.

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	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 этилртути	ВНИИГИНТОКС
Фотометрическое определение этилртути	Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение ди-хлорэтана	Новосибирский санитарный институт
Фотометрическое определение оксидов азота	" - "

СОДЕРЖАНИЕ

отв.

Методические указания по фотометрическому измерению концентраций этиленгликоля в воздухе	9
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций ацетальдегида в воздухе	9
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акрилонитрила в воздухе	11
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-триметибензола в воздухе	33
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-анилина 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	68
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диметилового эфира терефталевой кислоты в воздухе	62

Методические указания по фотометрическому измерению концентрации динитрила адипиновой кислоты в воздухе	66
Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3,4-дихлорпропионацилила в воздухе	71
Методические указания по фотометрическому измерению концентрации изопрена в воздухе	75
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций суммы карбониллов 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 кармина, тизидана, атразина и хлоразина в воздухе	91
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций кротонового альдегида в воздухе	100
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций малинового 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