

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

УТВЕРДЛАО

Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

Д.И.СИЧ — А.И.ЗАЙЧ

"12" Июня 1980 г.

\* 3528

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ 3,4-  
ДИХЛОПРОПИОНАМИДА /ПРОПАНИДА, СТАМА Ф-34/ В  
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



M=219,0

I. Характеристика метода

Определение основано на гидролизе пропанида до 3,4-дихлоранилина в уксусной среде и определении последнего по реакции конденсации с *п*-диметиламинобензальдегидом.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Предел измерения пропанида в анализируемом объеме пробы I  
Предел измерения пропанида в воздухе - 0,03 мг/м<sup>3</sup> /при отре 50 л/.

Диапазон измеряемых концентраций пропанида в воздухе 0,03-10 мг/м<sup>3</sup>.

Определению не мешают циклогексанон, ОИ-7, соли венг-нафт-пропионовая кислота; 3,4-дихлоранилин не мешает определению. В последнем случае рекомендуются условия определения пропанида в присутствии 3,4-дихлоранилина /3,4 ДХА/.

Граница с шириной погрешности измерения пропанида в воздухе не превышает  $\pm 25\%$ .

Предельно допустимая концентрация пропаннида в воздухе - 0,1 мг/м<sup>3</sup>.

## 2. Реактивы и растворы

Пропаннид, перекристаллизованный из бензола с  $t_{\text{пл.}} 91-92^{\circ}$ .

Основной раствор пропаннида. В мерную колбу, емкостью 25 мл, вносят 5 мл ледяной уксусной кислоты и взвешивают. Вносят 25-30 мг пропаннида в колбу взвешивают вторично. Содержимое колбы перемешивают и доводят до метки ледяной уксусной кислотой. Расчитывают содержание пропаннида в 1 мл раствора.

Стандартные растворы № 1 и 2, содержащие соответственно 100 и 10 мкг/мл готовят разбавлением основного раствора уксусной кислотой. Растворы устойчивы более двух недель.

Кислота уксусная, ГОСТ 61-69, х.ч.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-67, х.ч. концентрированная.

Це-а-диметиламинобензальдегид, МРТУ6-09-634-63, х.ч.

Раствор в уксусной кислоте (свежеприготовленный).

Раствор готовят растворением 2 г це-а-диметиламинобензальдегида в 40 мл ледяной уксусной кислоты. Полученный раствор доводят до 100 мл водой.

## 3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Фильтродержатели.

Пробирки колориметрические, плоскодонные, из бесцветного стекла, емкостью 120 мл и внутренним диаметром 15 мм.

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

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

Баня водяная.

Фильтры бумажные, беззольные.

#### 4. Проведение измерения

##### Условия отбора проб воздуха.

Воздух аспирируют с скоростью 8-10 л/мин через бумажный фильтр, помещенный в фильтродержатель.

Для определения I/2 ПДК достаточно отобрать 30 л воздуха в течение 5 мин. Пробы хранятся более 2-х недель.

##### Условия анализа

Фильтры с отобранный пробой обрабатывают 3 мл ледяной уксусной кислоты и оставляют на 15-20 мин, периодически встряхивая. Для анализа берут 2 мл раствора в колориметрическую пробирку, добавляют по 0,5 мл воды, 0,05 мл концентрированной соляной кислоты и нагревают в течение 60 мин при 100°C. Растворы охлаждают, приливают по 1 мл 2% раствора п-диметиламинобензальдегида и доводят до 4 мл уксусной кислотой. Через 15-20 мин измеряют оптическую плотность окрашенных растворов при длине волн 432-436 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм.

Содержание пропаннида в анализируемом объеме пробы определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения графика готовят шкалу стандартов, согласно таблице 17.

Таблица 17

##### Шкала стандартов

Номер стандартов	Стандартный раствор № 2, мл.	Стандартный раствор № 1, мл.	Уксусная кислота, мл.	Содержание пропаннида, мкг.
1	0	-	2,0	0
2	0,1	-	1,9	1
3	0,3	-	1,7	3
4	0,5	-	1,5	5
5	1,0	-	1,0	10
6	2,0	-	0	20
7	-	0,3	1,7	30
8	-	0,4	1,6	40

в присутствии 3,4-дихлоранилина фильтр с пробой обрабатывают 5 мл уксусной кислоты, выдерживают 30 мин периодически встряхивая. Для анализа отбирают 2 мл раствора и анализируют описанным выше способом. Найденное значение оптической плотности  $\text{D}_{\text{сум}}$  отражает суммарное содержание пропаннида и 3,4-ДХА. Для вычисления содержания пропаннида устанавливают значение оптической плотности  $\text{D}_{\text{ДХА}}$ , приходящейся на долю 3,4-ДХА (3,4-дихлоранилина). Для этого к 2 мл оставшейся пробы добавляют 1,5 мл воды, 0,5 мл 2% раствора п-диметиламиноbenзальдегида и через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 432-436 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. По разности  $\text{D}_{\text{сум}} - \text{D}_{\text{ДХА}}$  находят значение оптической плотности, соответствующей доле пропаннида. Содержание пропаннида определяют по калибровочной графику.

Концентрацию пропаннида в воздухе в  $\text{мг}/\text{м}^3$  вычисляют по формуле:

$$x = \frac{G \cdot V}{V \cdot V_{20}} \text{, } \text{мкг}$$

$G$

- количество пропаннида, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

$V$

- общий объем пробы, мл,

$V_i$

- объем пробы, взятой для анализа, мл;

$V_{20}$

- объем воздуха, л, взятый для анализа и принадлежащий к стандартным условиям по формуле (см. приложение I ).

## 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	0,9864	0,9916	0,9969	1,0013	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

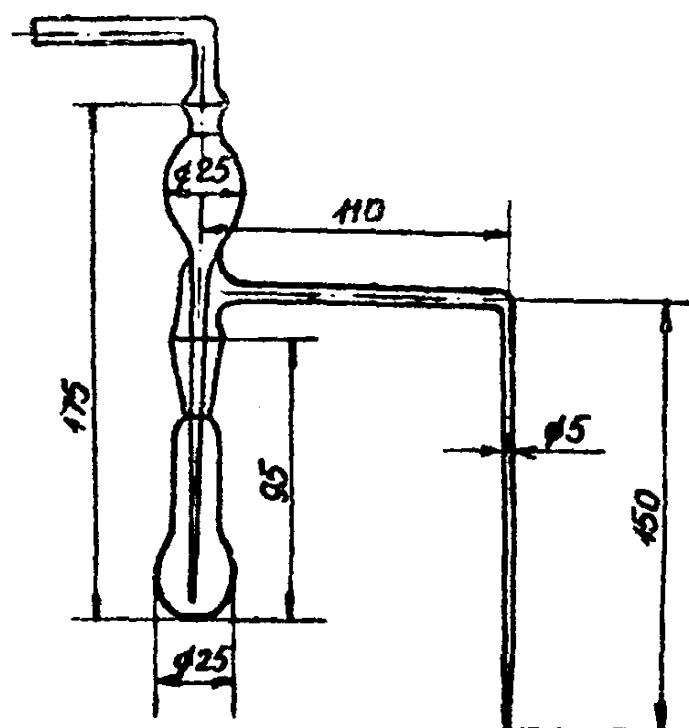
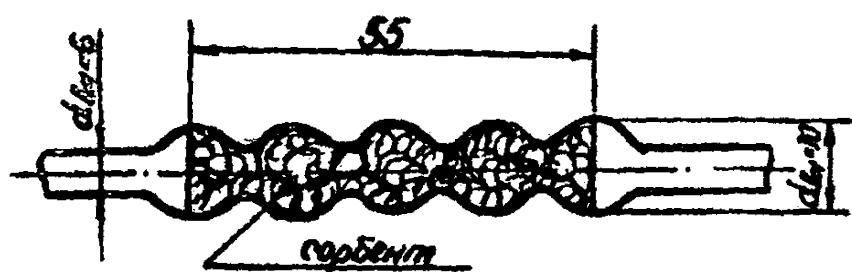


Рис. I Прибор для сушки хлорорганических ядомийков



Фиг. 2 Гофрированная стеклянная трубка

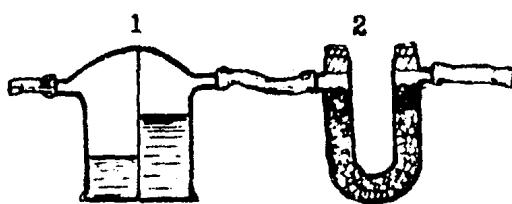


Рис. 3 Очистительная система. 1-склянка Тицяко,  
2- поглотитель с нейтронной известью.

## 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 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 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		" "

## СОДЕРЖАНИЕ

ОГРН

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 $\Pi$ -анизидина в воздухе . . . . .	36
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций бериллия в воздухе . . . . .	40
Методические указания по фотометрическому измерению концентраций ванилтолуола 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 диметилового эфира терефталевой кислоты в воздухе . . . . .	62

Методические указания по фотометрическому измерению концентрации динитрида алидиновой кислоты в воздухе . . . . .	66
Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3,4-дихлорпропионатил- <sup>14</sup> 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 карбина, 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