

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 государствен-
ного санитарного врача СССР

А.И. Загченко
"12.04.81" 1981 г.

№ 2242

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ФОТОЦЕЛТИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ДИНИТРИЛА АДИПИНОВОЙ
КИСЛОТЫ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М=106,0

I. Характеристика метода

Определение основано на гидролитическом расщеплении динитрила адипиновой кислоты до аммиака и определении последнего с реагентом Несолера.

Отбор проб проводится с концентрированием в воду.

Предел измерения динитрила адипиновой кислоты в анализируемом объеме пробы - 3 мкг.

Предел измерения динитрила адипиновой кислоты в воздухе - 3 мг/м³ (при отборе 3 л).

Диапазон измеряемых концентраций динитрила адипиновой кислоты в воздухе 3-90 мг/м³.

Определению мешают гексаметилендиамин и аммиак, влияние их устраняют в процессе определения динитрила адипиновой кислоты.

Граница суммарной погрешности измерения динитрила адипиновой кислоты в воздухе не превышает $\pm 5\%$.

Предельно допустимая концентрация динитрила адипиновой кислоты в воздухе - 20 мг/м³.

2. Реактивы и растворы

Димитрил адииновой кислоты, МРГУ 6-09-4934-68, ч.

Основной раствор димитрила адииновой кислоты. В мерную колбу емкостью 100 мл, вносят 7-10 мл дистиллированной воды, взвешивают на аналитических весах, добавляют 0,1 мл димитрила адииновой кислоты и вновь взвешивают. Смесь разбавляют 25 мл горячей воды. После растворения вещества, раствор охлаждают и доводят водой до метки. Рассчитывают содержание вещества в 1 мл раствора. Раствор сохраняется более месяца.

Стандартный раствор с содержанием 30 мкг/мл димитрила адииновой кислоты. Готовят соответствующим разбавлением основного раствора дистиллированной водой в день анализа.

Калий юстистый, ГОСТ 4232-65, ч.

Ртуть юстистая, МРГУ 6-09-518-63, ч.

Нат., едкий, ГОСТ 4328-66, 20% раствор.

Калий едкое, ГОСТ 4203-65.

Кислота серная, ГОСТ 4204-66.

Реактив Насолера, МРГУ 6-09-468-63, чда.

При отсутствии продажного реактива, его готовят следующим образом. 15 г юстистого калия растворяют в 150 мл воды, прибавляют 21 г хорошо растертой юстистой ртути. Затем прибавляют 45 г едкого калия, растворенного в 90 мл воды и доводят водой до объема 300 мл. Реактив оставляют на 1-2 дня, после чего раствор осторожно сливают с выпавшего осадка в склянку, из темного стекла. Реактив почти бесцветен или слабо окрашен в желтый цвет.

Катионит КУ-2 ТУ. Катионит предварительно очищают от примесей (в основном солей железа). Для этого его обрабатывают 30-кратным количеством (по объему) 1 н. раствором соляной кислоты до отрицательной реакции на ион железа с последующим промыванием дистиллированной водой до отрицательной реакции на ион хлора.

Затем катионит помещают в стакан, заливают водой и оставляют на-

сутки для набухания. Для работы применяют катионит только в насыщем состоянии.

Бидистиллированная вода, не содержащая иона аммония. Для этого предварительно на каждый литр дистиллированной воды добавляют по 5 мл 10% серной кислоты и перегоняют.

Все реактивы готовят в бидистиллированной воде.

3. Приборы и посуда

Спектрофотометр или фотовольтроколориметр

Аспирационное устройство

Поглотительные сосуды с пористой стеклянной пластинкой

Воронки со стеклянным пористым фильтром

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

Пробирки с пришлифованными воздушными холодильниками. Длина воздушного холодильника 350 мм, диаметр - 6 мм

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

Баня водяная.

4. Проведение измерений

Условия отбора проб воздуха

Воздух аспирируют со скоростью 0,3 л/мин через два последовательно соединенных поглотительных сосуда с пористой пластинкой, содержащих по 4 мл бидистиллированной воды. Для определения I/2 ПДК необходимо отобрать 2 л воздуха в течение 7 мин.

Условия анализа

Исследуемые растворы сливают вместе и помещают в сосуд, содержащий 100-200 мг набухшего катионита. При этом примеси аммиака и гексаметилендиамина поглощаются катионитом. Содержимое сосуда тщательно перемешивают в течение 40 мин и сливают через пористый фильтр в пробирки с пришлифованными воздушными холодильниками.

Катионят затем дважды промывают по 2 мл дистиллированной водой. Промывные воды сливают вместе с фильтратом, добавляют 3,2 мл 20% раствора сухого ката. ^{Проберки} вогружают в кипящую водяную баню на 20 мин, затем охлаждают. Для снятия фильтра 4 мл раствора, прибавляют 0,5 мл реактива Несслера и через 5 мин измеряют оптическую плотность окраинных в желто-бурых пят растворов при длине волн 436 нм в кювете 20 мм.

Содержание динитрила азотной кислоты в анализируемом объеме раствора определяют по предварительно построенному пружинковочному графику. Для построения графика готовят ячейку стандартов, согласно таблице 16.

Ячейку стандартов обрабатывают аналогично пробам.

Таблица 16

Ячейка стандартов

Номер стандартов	Стандартный раствор, мкг/мл	Единоизмериван-	Содержание
		ная вода, мл.	динитрила азот-
		мл	ной кис-
I	0	4,0	0
2	0,1	3,9	3
3	0,2	3,8	6
4	0,3	3,7	9
5	0,5	3,5	15
6	1,0	3,0	30
7	1,5	2,5	45
8	2,0	2,0	60
9	3,0	1,0	90

Концентрацию динитрика азотной кислоты в воздухе в мг/м³ /Х/ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{G \cdot V}{V \cdot V_{20}}, \quad \text{где}$$

G - количество динитрика азотной кислоты, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V - общий объем пробы, мл;

V_1 - объем пробы, взятой для анализа, мл;

V_{20} - 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 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	1,1313	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

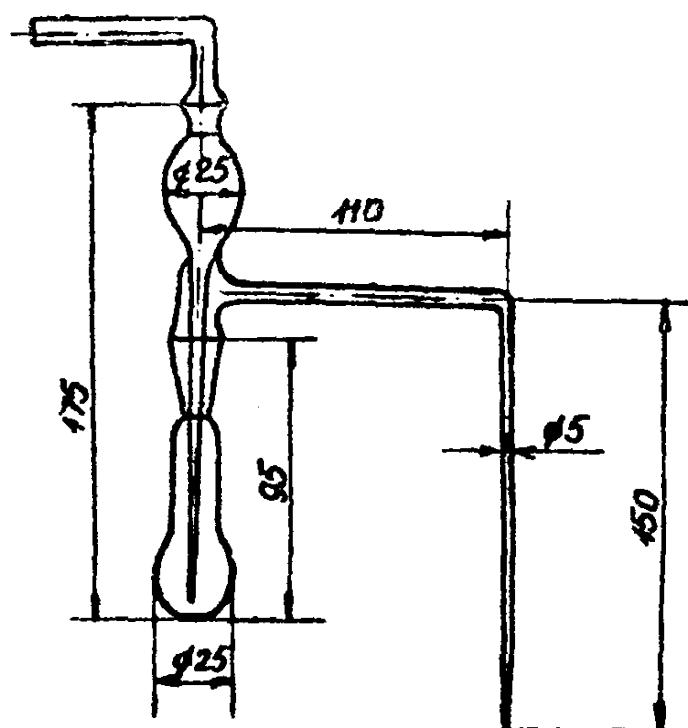
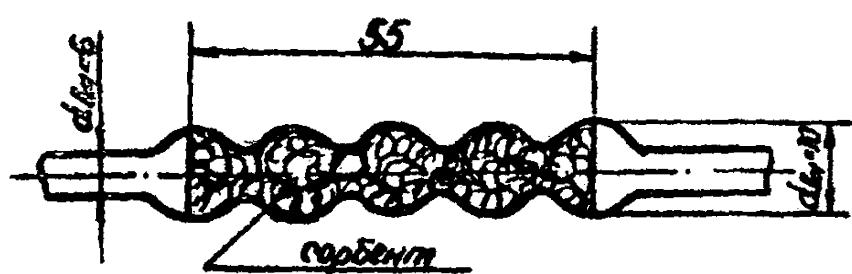


Рис. I Прибор для сожжения хлорорганических ядовитых газов



Фиг. 2 Гофрирование стеклянной трубы

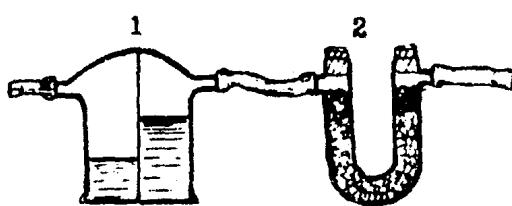


Рис. 3 Очистительная система. 1-склянка Тицяко,
2- поглотитель с натронной известью.

Приложение 4.

Список институтов, представивших новые методики
в данный сборник

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 аценафтина		" - "
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 шафтания		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

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 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 диметилового эфира терефталевой кислоты в воздухе	62

Методические указания по фотометрическому измерению концентрации динитрида алициновой 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