

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 государственного санитарного врача СССР

А.И. Замченко А.И. Замченко

№ 12-14648-1987г.

№ 8281

МЕТОДИЧЕСКОЕ УКАЗАНИЕ

ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ БЕРИЛЛИЯ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Вн

А.в-9,01

1. Характеристика метода

Определение основано на взаимодействии иона бериллия с фосфомоно Р в растворе с рН 9,4 с образованием окрашенного в желто-розовый цвет соединения.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтры.

Предел измерения бериллия в анализируемом объеме пробы - 0,1 мкг

Предел измерения бериллия в воздухе - 0,0005 мг/м³ (при отборе 400 л).

Диапазон измеряемых концентраций бериллия в воздухе - 0,0005-0,01 мг/м³.

Определению не мешает: железо в концентрации до 0,5 мг/м³, марганец, цинк, медь - до 1 мг/м³, алюминий, кальций, магний - до 1,5 мг/м³, никобол - до 2,5 мг/м³, никель, молибд - до 5 мг/м³, кремний и титан - до 0,1 мг/м³.

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

Предельно допустимая концентрация бериллия в воздухе - 0,001 мг/м³.

2. Реактивы и растворы

Бериллий сернокислый ($\text{BeSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$), МРТУ-6-09-2156-65, ч.д.в.

Основной раствор бериллия с содержанием 100 мкг/мл. Готовят растворением 0,1966 г сульфата бериллия в 100 мл 5% раствора соляной кислоты.

Стандартные растворы № 1 и № 2 с содержанием бериллия 10 мкг/мл и 1 мкг/мл. Готовят соответствующим разбавлением основного раствора 5% раствором соляной кислоты. Стандартные растворы устойчивы в течение длительного времени.

Фосфазо Р, МРТУ-6-09-5272-68 - 0,1% раствор.

Триэтанолламин, СТУ 12-10-113-61, разбавленный дистиллированной водой 1:3.

Трилон Б (двунариевая соль этилендиамин тетрауксусной кислоты), ГОСТ 10652-63, 5% раствор.

Кислота серная, ГОСТ 4204-66, разбавленная 1:1.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-67, 5% раствор.

Кислота борная, ГОСТ 9656-61.

Натр едкий, ГОСТ 4328-66, 10% раствор и 1н. раствор.

Тимолфталейн, МРТУ-6-09-2724-65, 0,05% раствор в этиловом спирте.

Спирт этиловый, ректификат, ГОСТ 5962-67.

Буферный раствор с pH 9,4. Готовят растворением 12,4г борной кислоты в 130 мл 1н раствора едкого натра с последующим доведением до 1л дистиллированной водой.

Калий фтористый, кислый (калий бифторид), ГОСТ 10067-62.

Фильтры АФА-ЭП-10.

3. Приборы и посуда

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Пробирки колориметрические, плоскодонные из бесцветного

стекла, высотой 120 мм и внутренним диаметром 15 мм.

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

Стаканы химические, емкостью 50-100 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 50, 100, 500, 1000 мл.

Печь муфельная.

Баня песчаная

Тигли или чашки платиновые.

Фишпы тигельные (с платиновыми наконечниками).

4. Проведение измерений

Условия отбора проб воздуха.

Воздух аспирируют со скоростью 15 л/мин через фильтр

АА-Х1-10, помещенный в фильтродержатель.

Для определения 1/2 ЦДК необходимо отобрать 400 л воздуха в течение 27 минут.

Условия анализа

Фильтр с отобранной пробой переносят в стакан и обрабатывают 2 раза по 3 мл 5% раствором соляной кислоты. Затем фильтр отжимают при помощи стеклянной палочки и 3 мл полученного раствора помещают в колориметрическую пробирку. При анализе прокаленной окиси бериллия и во всех случаях, когда бериллий находится в связанном состоянии (пыль руды, лимониты и др.) для перевода бериллия в растворимое состояние пробу сплавляют с бифторидом калия. Для этого фильтр переносят в платиновую чашку или тигель, озолотят, добавляют 0,5г бифторида калия и сплавляют в муфельной печи при температуре 800-900° до получения прозрачного плава. По охлаждении приливают в чашку 2 мл серной кислоты 1:1 и нагревают на песчаной бане до прекращения выделения серного ангидрида. Остаток растворяют в 6мл 5% раствора соляной кислоты. Для анализа берут по 3 мл раствора, добавляют по 0,5 мл 5% раствора трилона Б и 0,2 мл триэтанолamina (1:3). После каждого внесения реактива содержимое пробирок взбалтывают. Затем добавляют

по 1 капле 0,05% спиртного раствора тимолфталеина и нейтрализуют 10% раствором едкого натра до появления синей окраски раствора и сразу же по каплям добавляют 5% раствор соляной кислоты до обесцвечивания раствора. Далее прибавляют по 0,1 мл 0,1% раствора фосфоназо Р, по 2 мл буферной смеси и тщательно перемешивают. При наличии бериллия растворы приобретают розово-желтый цвет. Контрольный раствор, не содержащий бериллий, окрашен в розовый цвет. Через 10 минут измеряют оптическую плотность растворов при длине волны 520 мμ в кюветах с толщиной слоя 10 мм. При этом замеры делают в следующем порядке: сначала помещают кювету с раствором комплекса бериллия и подводят стрелку миллиамперметра к нулю, а затем измеряют оптическую плотность контрольного раствора, как более окрашенного. Полученная величина оптической плотности характеризует содержание бериллия в исследуемой пробе.

Содержание бериллия в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице 10.

Таблица 10

Шкала стандартов			
Номер стандарта	Стандартный раствор №2, мл	Соляная кислота, 5% раствор, мл	Содержание бериллия, мкг.
1	0	3	0
2	0,1	2,9	0,1
3	0,2	2,8	0,2
4	0,4	2,6	0,4
5	0,6	2,4	0,6
6	0,8	2,2	0,8
7	1,0	2,0	1,0
8	1,5	1,5	1,5
9	2,0	1,0	2,0

Все пробопробы шкалы обрабатывают аналогично пробам. Шкала стандартов устойчива в течение рабочего дня.

Концентрацию бериллия в мг/м^3 воздуха /X/ вычисляют по формуле:

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

- G - количество бериллия, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;
 V - объем пробы, взятый для анализа, мл;
 V_1 - общий объем пробы, 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 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	0,9283	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

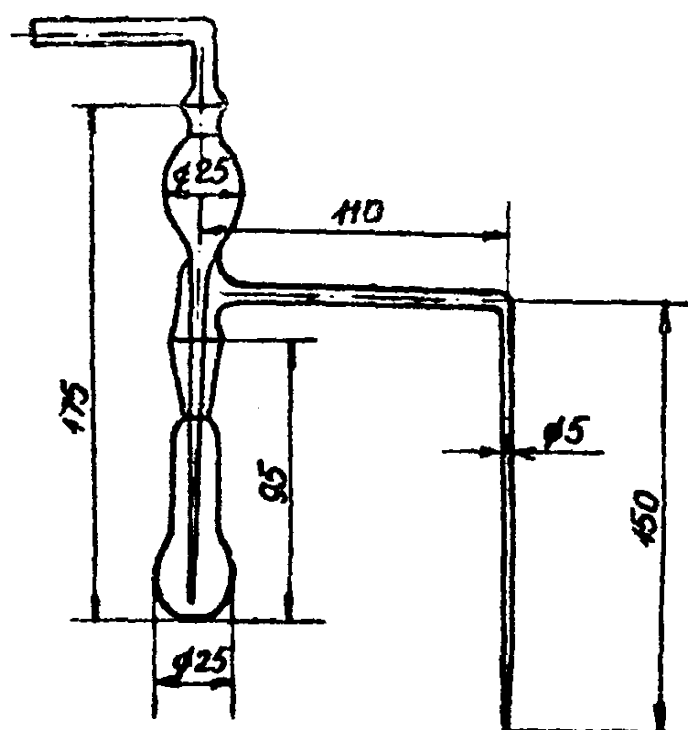


Рис. I Прибор для сжигания хлорорганических соединений

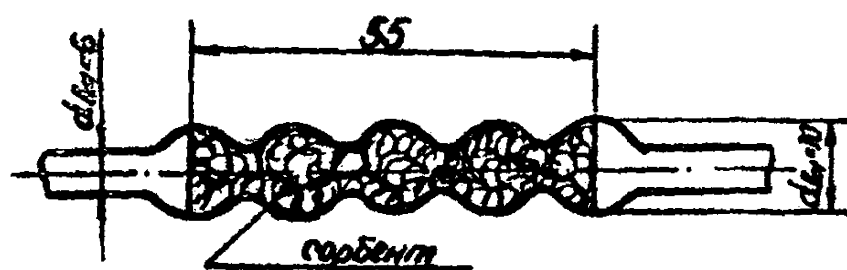


Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

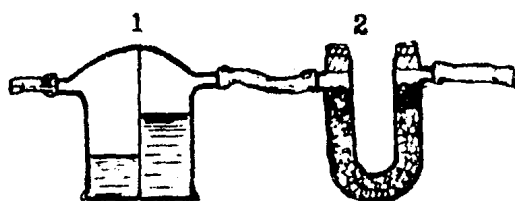


Рис. 3 Очистительная система. 1—сдвиг Тиссенко, 2—поглотитель с натронной известью.

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. лляда		" - "
Фотометрическое определение толуолениамина		" - "
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-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 окиси азота	" - "

СОДЕРЖАНИЕ

отр.

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