

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ**

XIV

№ 1572-77 -- 1598-77

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Министерство здравоохранения СССР
Москва, 1979 г.

Сборник методических указаний составлен
методической секцией по промышленно -
санитарной гигиене при проблемной комиссии
"Научные основы гигиены труда и профес -
сиональной патологии"

Выпуск XIV

Настоящие методические указания распро -
страняются на определение содержания
вредных веществ в воздухе промышленных
помещений при санитарном контроле.

Редакционная коллегия: Виноградова В.А., Бабина М.Д.,
Соловьева Т.В., Овечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР

А.И. ЗАИЧЕНКО

№ 1591-77

31 января 1977 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

НА ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ 4,4^I - ДИАМИНОДИФЕНИЛ-
СУЛЬФИДА В ВОЗДУХЕ

I. Общая часть

1. Определение основано на диазотировании солянокислого раствора диамина, сочетания соли диазония с 1,8 - ами -
нонафтол - 2,4 - дисульфокислотой и фотометрировании полу -
ченного азокрасителя.

2. Чувствительность определения - 1 мкг в анализируе -
мом объеме раствора.

3. Не мешают определению динитродифенилсульфид, пара -
нитрохлорбензол.

4. Предельно допустимая концентрация 4,4^I - диамино -
дифенилсульфида в воздухе - 1 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

5. Применение реактивов и растворов.

4,4^I - Диаминодифенилсульфид, ч. МРТУ 6-09-1533-64.

Стандартный раствор 4,4^I - диаминодифенилсульфида №1
с содержанием 100 мкг/мл готовят растворением 20 мг веще -
ства в 200 мл 0,2 н раствора соляной кислоты.

Стандартный раствор № 2, содержащий 10 мкг/мл веще -
ства готовят соответствующим разведением раствора № 1 0,2 н

соляной кислотой.

Соляная кислота, ГОСТ 3118-67, х.ч., 0,2 н раствор.

Натрий азотистокислый, ГОСТ 4197-66, х.ч. 0,5 н раствор (свежеприготовленный).

Натрий углекислый, ГОСТ 83-63, ч.д.а., 10%-ный раствор. I- Амино-8-нафтол- 2,4-дисульфокислоты монокальцевая соль, МРТУ 6-09-882-63, ч, 0,2%-ный раствор.

Реактивный раствор. К 140 мл 10%-ного углекислого натрия прибавляют 10 мл 0,2 %-ного раствора I,8-амино - нафтола -2,4-дисульфокислоты.

6. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство.

Фильтры АФА-ВП-10.

Патроны для фильтров.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25, 100 и 200 мл.

Пипетки ,ГОСТ 20292-74, емкостью 1, 2, 5 и 10 мл с делениями 0,01-0,1 мл.

Пробирки колориметрические с притертыми пробками.

Стаканы химические, емкостью 50 мл.

Фотоэлектроколориметр.

III. Отбор пробы воздуха

7. Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр, помещенный в патрон.

Для анализа следует отобрать 20 л воздуха.

IV. Описание определения

Фильтр переносят в стакан, заливают 10 мл 0,2 н раст-

вором соляной кислоты. Промывают фильтр при помощи стеклянной палочки в течение 3-х -5-ти мин. Для анализа 5 мл исследуемого раствора вносят в колориметрическую пробирку. Прибавляют по 1 мл 0,5 н раствора натрия азотистокислого и взбалтывают. Через 5 мин добавляют по 3 мл реактивного раствора и спустя 15 мин фотометрируют в кювете с толщиной слоя 10 мм при длине волны 560 нм в сравнении с контрольным опытом, который готовят одновременно и аналогично пробе.

Содержание 4,4^I-диаминодифенилсульфида определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице 6.

Таблица 6

Шкала стандартов

№ стандартов	1	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор № 2, мл	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
Соляная кислота 0,2 н, мл	5	4,9	4,8	4,6	4,4	4,2	4,0
Содержание 4,4 ^I -диаминодифенилсульфида, мкг	0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0

Шкалу стандартов обрабатывают также как и пробы, измеряют оптическую плотность и строят график. Шкалой стандартов можно пользоваться для визуального определения, ее готовят в колориметрических пробирках одновременно с пробями. Шкала

устойчива в течение 40 мин.

Концентрацию $4,4^I$ - диаминодифенилсульфида в воздухе в мг/м^3 (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}$$

где g - количество $4,4^I$ - диаминодифенилсульфида, найденное в анализируемом объеме раствора, мкг ;

V_1 - общий объем пробы, мл ;

V - объем пробы, взятый для анализа, мл ;

V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение I), л.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (20°C, 760 мм.рт.ст.) производят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot (273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 760}$$

где: V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, мм.рт.ст.);

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °C.

Можно также пользоваться таблицей коэффициентов (см. приложение 2). Для приведения объема воздуха к стандартным условиям надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха
к стандартным условиям: температура $+20^{\circ}\text{C}$
и атмосферное давление 760 мм рт.ст.,

$^{\circ}\text{C}$	Атмосферное давление мм.рт.ст.						
	730	732	734	736	738	740	742
I	2	3	4	5	6	7	8
-30	I.I582	I.I614	I.I646	I.I677	I.I709	I.I741	I.I772
-28	I.I487	I.I519	I.I550	I.I581	I.I613	I.I644	I.I675
-26	I.I393	I.I425	I.I456	I.I487	I.I519	I.I550	I.I581
-24	I.I302	I.I334	I.I364	I.I391	I.I427	I.I454	I.I488
-22	I.I212	I.I243	I.I274	I.I304	I.I336	I.I366	I.I396
-20	I.I123	I.I155	I.I185	I.I215	I.I246	I.I276	I.I306
-18	I.I036	I.I067	I.I097	I.I127	I.I158	I.I188	I.I218
-16	I.0953	I.0981	I.I011	I.I041	I.I071	I.I101	I.I131
-14	I.0866	I.0897	I.0926	I.0955	I.0986	I.I015	I.I045
-12	I.0782	I.0813	I.0842	I.0871	I.0901	I.0931	I.0959
-10	I.0701	I.0731	I.0760	I.0789	I.0819	I.0848	I.0877
- 8	I.0620	I.0650	I.0679	I.0708	I.0737	I.0766	I.0795
- 6	I.0540	I.0570	I.0599	I.0627	I.0657	I.0685	I.0714
- 4	I.0462	I.0491	I.0519	I.0548	I.0577	I.0605	I.0634
- 2	I.0385	I.0414	I.0442	I.0470	I.0499	I.0528	I.0556
0	I.0309	I.0338	I.0366	I.0394	I.0423	I.0451	I.0477
+ 2	I.0234	I.0263	I.0291	I.0318	I.0347	I.0375	I.0402
+ 4	I.0160	I.0189	I.0216	I.0244	I.0272	I.0299	I.0327
+ 6	I.0087	I.0115	I.0143	I.0170	I.0198	I.0226	I.0253
+ 8	I.0015	I.0043	I.0070	I.0097	I.0125	I.0153	I.0179
+10	0.9944	0.9972	0.9999	I.0026	I.0054	I.0081	I.0108
+12	0.9875	0.9903	0.9929	0.9956	0.9984	I.0011	I.0037

продолж. приложения 2

1	2	3	4	5	6	7	8
+14	0.9806	0.9833	0.9860	0.9886	0.9914	0.9940	0.9967
+16	0.9737	0.9765	0.9791	0.9818	0.9845	0.9871	0.9898
+18	0.9671	0.9698	0.9725	0.9751	0.9778	0.9804	0.9830
+20	0.9605	0.9632	0.9658	0.9684	0.9711	0.9737	0.9763
+22	0.9539	0.9566	0.9592	0.9618	0.9645	0.9671	0.9696
+24	0.9475	0.9502	0.9527	0.9553	0.9579	0.9605	0.9631
+26	0.9412	0.9438	0.9464	0.9489	0.9516	0.9541	0.9566
+28	0.9349	0.9376	0.9401	0.9426	0.9453	0.9478	0.9503
+30	0.9288	0.9314	0.9339	0.9364	0.9391	0.9415	0.9440
+32	0.9227	0.9252	0.9277	0.9302	0.9328	0.9353	0.9378
+34	0.9167	0.9193	0.9218	0.9242	0.9268	0.9293	0.9318
+36	0.9107	0.9133	0.9158	0.9182	0.9208	0.9233	0.9257
+38	0.9049	0.9074	0.9099	0.9123	0.9149	0.9173	0.9198
+40	0.8991	0.9017	0.9041	0.9065	0.9090	0.9115	0.9139

°C	атмосферное давление						изм. рт. ст.
	744	746	748	750	752	754	756
I	2	3	4	5	6	7	8
-30	I.1803	I.1836	I.1867	I.1899	I.1932	I.1963	I.1994
-28	I.1707	I.1739	I.1770	I.1801	I.1834	I.1865	I.1896
-26	I.1612	I.1644	I.1674	I.1705	I.1737	I.1768	I.1799
-24	I.1519	I.1550	I.1581	I.1612	I.1644	I.1674	I.1705
-22	I.1427	I.1458	I.1488	I.1519	I.1550	I.1581	I.1611
-20	I.1337	I.1368	I.1398	I.1428	I.1459	I.1489	I.1519
-18	I.1247	I.1278	I.1308	I.1338	I.1369	I.1399	I.1429
-16	I.1160	I.1191	I.1221	I.1250	I.1282	I.1311	I.1341
-14	I.1074	I.1105	I.1134	I.1164	I.1194	I.1224	I.1253
-12	I.0989	I.1019	I.1049	I.1078	I.1108	I.1137	I.1166
-10	I.0906	I.0936	I.0965	I.0994	I.1024	I.1053	I.1082
- 8	I.0824	I.0853	I.0882	I.0911	I.0941	I.0969	I.0998
- 6	I.0742	I.0772	I.0801	I.0829	I.0858	I.0887	I.0916
- 4	I.0662	I.0691	I.0719	I.0748	I.0777	I.0806	I.0834
- 2	I.0584	I.0613	I.0641	I.0669	I.0698	I.0726	I.0755
.. 0	I.0506	I.0535	I.0563	I.0591	I.0621	I.0648	I.0676
+ 2	I.0430	I.0459	I.0487	I.0514	I.0543	I.0571	I.0598
+ 4	I.0355	I.0383	I.0411	I.0438	I.0467	I.0494	I.0522
+ 6	I.0280	I.0309	I.0336	I.0363	I.0392	I.0419	I.0446
+ 8	I.0207	I.0235	I.0262	I.0289	I.0317	I.0345	I.0372
+10	I.0134	I.0162	I.0189	I.0216	I.0244	I.0272	I.0298
+12	I.0064	I.0092	I.0118	I.0145	I.0173	I.0199	I.0226
+14	0.9993	I.0021	I.0048	I.0074	I.0102	I.0128	I.0155
+16	0.9924	0.9951	0.9978	I.0004	I.0032	I.0058	I.0084
+18	0.9856	0.9884	0.9909	0.9936	0.9963	0.9989	I.0010

I	2	3	4	5	6	7	8
+20	0.9789	0.9816	0.9842	0.9868	0.9895	0.9921	0.9947
+22	0.9723	0.9749	0.9775	0.9800	0.9827	0.9853	0.9879
+24	0.9657	0.9683	0.9709	0.9735	0.9762	0.9787	0.9813
+26	0.9592	0.9618	0.9644	0.9669	0.9696	0.9721	0.9747
+28	0.9528	0.9555	0.9580	0.9605	0.9632	0.9657	0.9682
+30	0.9466	0.9492	0.9517	0.9542	0.9568	0.9594	0.9618
+32	0.9403	0.9429	0.9454	0.9479	0.9505	0.9530	0.9555
+34	0.9342	0.9368	0.9393	0.9418	0.9444	0.9468	0.9493
+36	0.9282	0.9308	0.9332	0.9357	0.9382	0.9407	0.9432
+38	0.9222	0.9248	0.9272	0.9297	0.9322	0.9347	0.9371
+40	0.9163	0.9189	0.9213	0.9237	0.9263	0.9287	0.9311

°C	атмосферное давление мм рт.ст.						
	758	760	762	764	766	768	770
I	2	3	4	5	6	7	8
-30	I.2026	I.2058	I.2089	I.2122	I.2153	I.2185	I.2217
-28	I.1928	I.1959	I.1990	I.2022	I.2053	I.2084	I.2117
-26	I.1831	I.1862	I.1893	I.1925	I.1956	I.1986	I.2018
-24	I.1736	I.1767	I.1797	I.1829	I.1859	I.1891	I.1922
-22	I.1643	I.1673	I.1703	I.1735	I.1765	I.1795	I.1827
-20	I.1551	I.1581	I.1611	I.1643	I.1673	I.1703	I.1734
-18	I.1460	I.1490	I.1519	I.1551	I.1581	I.1611	I.1642
-16	I.1372	I.1401	I.1431	I.1462	I.1491	I.1521	I.1552
-14	I.1284	I.1313	I.1343	I.1373	I.1402	I.1432	I.1463
-12	I.1197	I.1226	I.1255	I.1285	I.1315	I.1344	I.1374
-10	I.1112	I.1141	I.1169	I.1200	I.1229	I.1258	I.1288
- 8	I.1028	I.1057	I.1086	I.1115	I.1144	I.1173	I.1203
- 6	I.0945	I.0974	I.1003	I.1032	I.1061	I.1089	I.1118
- 4	I.0864	I.0892	I.0921	I.0949	I.0978	I.1006	I.1036
- 2	I.0784	I.0812	I.0841	I.0869	I.0897	I.0925	I.0955
0	I.0705	I.0733	I.0761	I.0789	I.0817	I.0846	I.0875
+ 2	I.0627	I.0655	I.0683	I.0712	I.0739	I.0767	I.0795
+ 4	I.0551	I.0578	I.0605	I.0634	I.0662	I.0689	I.0717
+ 6	I.0475	I.0502	I.0529	I.0557	I.0585	I.0612	I.0641
+ 8	I.0399	I.0427	I.0454	I.0482	I.0509	I.0536	I.0565
+10	I.0326	I.0353	I.0379	I.0407	I.0435	I.0462	I.0489
+12	I.0254	I.0281	I.0307	I.0335	I.0362	I.0388	I.0416
+14	I.0183	I.0209	I.0235	I.0263	I.0289	I.0316	I.0344
+16	I.0112	I.0138	I.0164	I.0192	I.0218	I.0244	I.0272

1	2	3	4	5	6	7	8
+18	1.0043	1.0069	1.0095	1.0122	1.0148	1.0175	1.0202
+20	0.9974	1.0000	1.0026	1.0053	1.0079	1.0105	1.0132
+22	0.9906	0.9932	0.9957	0.9985	1.0011	1.0036	1.0063
+24	0.9839	0.9865	0.9891	0.9917	0.9943	0.9968	0.9995
+26	0.9773	0.9799	0.9824	0.9851	0.9876	0.9902	0.9928
+28	0.9708	0.9734	0.9759	0.9785	0.9811	0.9836	0.9863
+30	0.9645	0.9670	0.9695	0.9723	0.9746	0.9772	0.9797
+32	0.9581	0.9606	0.9631	0.9657	0.9682	0.9707	0.9733
+34	0.9519	0.9544	0.9569	0.9595	0.9619	0.9644	0.9669
+36	0.9457	0.9482	0.9507	0.9532	0.9557	0.9582	0.9607
+38	0.9397	0.9421	0.9445	0.9471	0.9495	0.9520	0.9545
+40	0.9337	0.9361	0.9385	0.9411	0.9435	0.9459	0.9485

Приложение 3

Поглотительные приборы и дозирующее устройство

Рис.1 Поглоотительный прибор Зайцева

Рис.2 Поглоотительный прибор Пстри

Рис.3 Поглоотительный прибор с пористой стеклянной
пластинкой

Рис.4 Дозирующее устройство:

А- Диффузионный натекатель,

1- поток, 2- стеклянный цилиндр,

3- поршень из фторопласта,

4- калиброванный стеклянный капилляр,

Б- Установка для приготовления эталонных
смесей.

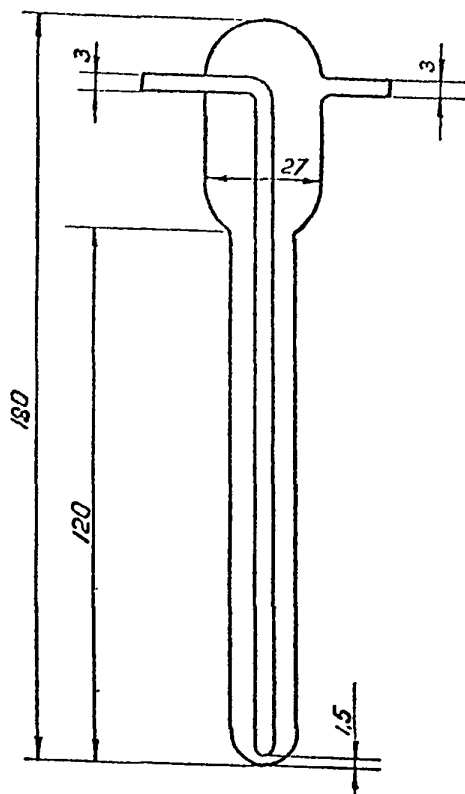


Рис. 1

Поглотительный прибор Зайцева

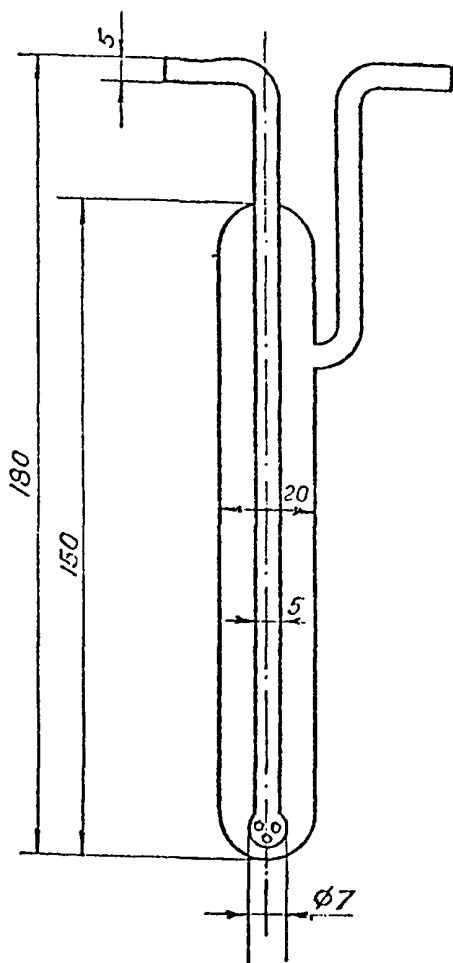


Рис. 2

Поглотительный прибор Петри

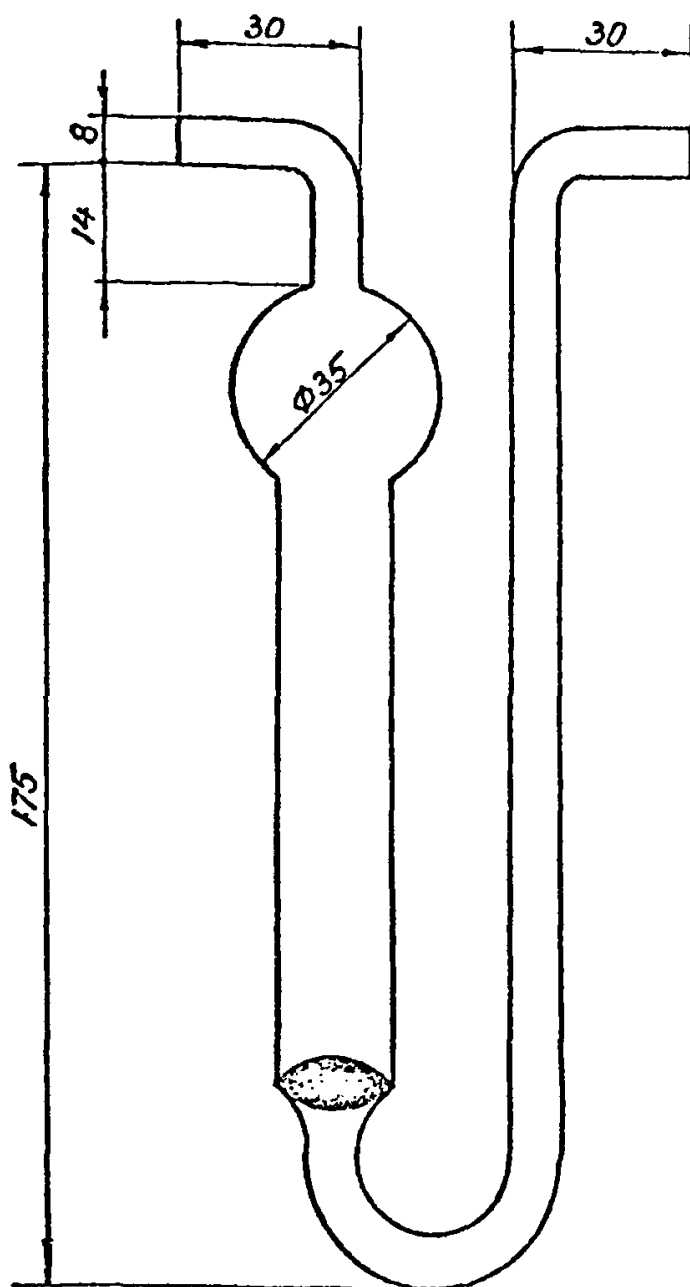


Рис. 3

Поглотительный прибор с пористой стеклянной пластинкой

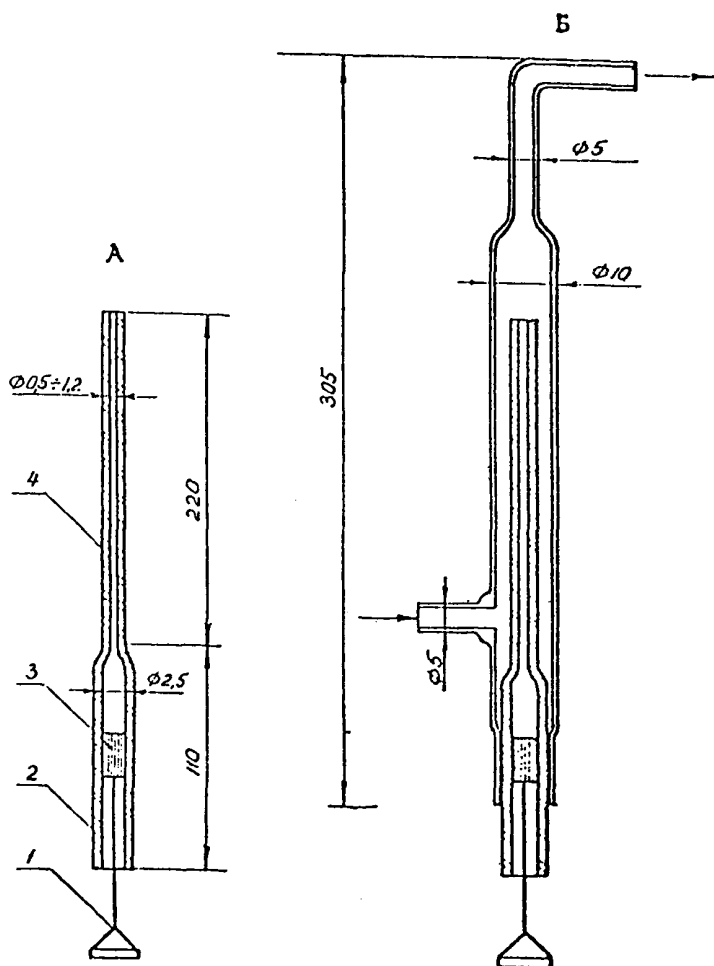


Рис. 4

Дозирующее устройство

А - Диффузионный натекатель: 1-сток, 2-стеклянный цилиндр, 3-поршень из фторопласта, 4-излиброванный стеклянный капилляр.

Б - Установка для приготовления эталонных смесей

Приложение 4

П Е Р Е Ч Е Н Ь

учреждений, представивших методические указания в
данный сборник

№ п/п	Методическое указание	Учреждение представившее методическое указание
1	2	3
1.	Полярографическое определение кадмия	Научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
2.	Газохроматографическое определение паральдегида	Уфимский научно-исследовательский институт гигиены и профзаболеваний
3.	Газохроматографическое определение о-м-п-нитротолуолов и о-м-п-толуидинов	Харьковский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний
4.	Газохроматографическое определение дифтордихлорэтилена	Научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР
5.	Хроматографическое определение фурфурола, фурфуролового спирта, монофурфурлиденацептона	Узбекский научно-исследовательский институт санитарии, гигиены и профзаболеваний.
6.	Газохроматографическое определение хлористого аллыла, 4-х хлористого углерода, 1,2-дихлорпропана.	Новосибирский научно-исследовательский санитарный институт.

1	2	3
7.	Газохроматографическое определение гексафторбензола	Пермский государственный медицинский институт
8.	Газохроматографическое определение пентафторбензола, монохлорпентафторбензола	—"
9.	Газохроматографическое определение октафтортолуола	—"
10.	Газохроматографическое определение пентафторанглина	Пермский государственный медицинский институт
11.	Газохроматографическое определение дибутилкетона	Ростовский государственный медицинский институт
12.	Газохроматографическое определение метилтетрагидропирана	Волгоградская областная санитарно-эпидемиологическая станция
13.	Газохроматографическое определение тестостерона и метилтестостерона	Филиал Всесоюзного научно-исследовательского химико-фармацевтического института
14.	Определение мета-нитробензоата циклогексиламина методом тонкослойной хроматографии	Киевский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний
15.	Фотометрическое определение хлористого алыла	Горьковский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний
16.	Фотометрическое определение о- и п-толуидинов	—"

1	2	3
17.	Фотометрическое определение о- и п-нитрофенолов	Горьковский научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний
18.	Фотометрическое определение м-трифторметилфенилэтилоксиацетата	Университет дружбы народов им. П. Лумумбы.
19.	Фотометрическое определение н-пилипирилолдона	Ростовский государственный медицинский институт
20.	Фотометрическое определение 4,4' - диаминодифенилсульфида	--
21.	Фотометрическое определение 2-нафтойной кислоты	--
22.	Фотометрическое определение диангидрида 1,4,5,8-нафталинтетракарбоновой кислоты	--
23.	Фотометрическое определение 2,3-дихлорпропена	Новосибирский научно-исследовательский санитарный институт
24.	Фотометрическое определение нафталин-2,6-дикарбоновой кислоты, дихлоргидрида нафталин-2,6-дикарбоновой кислоты	Ростовский государственный медицинский институт
25.	Фотометрическое определение 1,4,5,8-нафталинтетракарбоновой кислоты	--

I	2	3
26.	Фотометрическое определение 4,4' - азобензолдикарбоновой кислоты	Ростовский государственный медицинский институт
27.	Фотометрическое определение окиси хрома	Научно-исследовательский институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР

СОДЕРЖАНИЕ

	стр.
Методические указания на полярографическое определение кадмия в воздухе	1
Методические указания на газохроматографическое определение паральдегида в воздухе	4
Методические указания на газохроматографическое определение изомеров нитротолуола и изомеров толуидина в воздухе	9
Методические указания на газохроматографическое определение дифтордихлорэтлена в воздухе...	14
Методические указания на хроматографическое определение фурфурола, фурфурового спирта, монофурфурилиденациетона (МФА) в воздухе	18
Методические указания на газохроматографическое определение хлористого ацетона, четыреххлористого углерода и 1,2 -дихлорпропана в воздухе	22
Методические указания на газохроматографическое определение гексафторбензола (ГФБ) в воздухе	29
Методические указания на газохроматографическое определение пентафторбензола (ПФБ) и монохлорпентафторбензола (МХПФБ) в воздухе.....	34
Методические указания на газохроматографическое определение октафтортолуола в присутствии гексафторбензола, монохлорпентафторбензола в воздухе	38

	стр.
Методические указания на газохроматографическое определение пентафторанпилина (ПФА) в воздухе	43
Методические указания на газохроматографическое определение дибутилкетона в воздухе.....	47
Методические указания на газохроматографическое определение метилентетрагидропирана в воздухе	50
Методические указания на газохроматографическое определение тестостерона и метилтестостерона в воздухе	54
Методические указания на определение мста - нитробензоата циклогексилана (ингибитора Ц-2) методом тонкослойной хроматографии в воздухе	58
Методические указания на фотометрическое определение хлористого аллила в воздухе	64
Методические указания на фотометрическое определение орто-и пара - толудина в воздухе	69
Методические указания на фотометрическое определение орто- и пара -нитротолуола в воздухе	73
Методические указания на фотометрическое определение и-трифторметилфенилизотианата (ТИЦ) в воздухе.....	77
Методические указания на фотометрическое определение 17 -винилпирролидона в воздухе	81
Методические указания на фотометрическое определение 4,4' -дизалилодифенилсульфида в воздухе....	84

	131 стр.
Методические указания на фотометрическое опре- деление 2-нафтойной кислоты в воздухе.....	88
Методические указания на фотометрическое опре- деление диангилрида -1,4,5,8-нафталин-тетра- карбоновой кислоты в воздухе	91
Методические указания на фотометрическое опреде- ление 2,3- дихлорпропилена (2,3-ДХП) в воз- духе.....	94
Методические указания на фотометрическое опреде- ление -2,6 - нафталин-тетракарбоновой кис- лоты (НДК) и дихлорангилрида и 2,6-нафталин - тетракарбоновой кислоты (ДНДК) в воздухе....	99
Методические указания на фотометрическое опреде- ление 1,4,5,8 - нафталинтетракарбоновой кис- лоты (1,4,5,8- НТКК) в воздухе	102
Методические указания на фотометрическое опреде- ление 4,4' - азобензолдикарбоновой кислоты (АБДК) в воздухе.....	105
Методические указания на фотометрическое опреде- ление окиси хрома в воздухе.....	108
Приложение № 1.....	113
Приложение № 2.....	114
Приложение № 3	120
Приложение № 4	125

Зак. II62 Л-66389 от 4/VI-79г. Тир. I000

Типография Министерства Здравоохранения СССР.