

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ**

Выпуск XIX

Москва, 1984 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕЙ В ВОЗДУХЕ

Москва, 1963 г.

Сборник методических указаний составлен методической секцией по промышленно-санитарной химии при проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии".

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

ВЫПУСК XIX

Редакционная коллегия: Кузьминых А.И., Македонская Р.Н.,
Овечкин В.Г.

Л-79263 от 28.10.83г. Зав. 1943 Тир. 1000

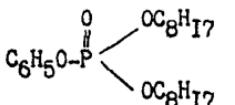
Типография Министерства Здравоохранения СССР.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР

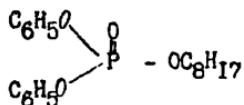
Зайченко А.И.ЗАЙЧЕНКО
"06" октября 1983 г.
№ 2883-33

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ДИ(2-ЭТИЛГЕКСИЛ)-
ФЕНИЛФОСФАТА И ДИФЕНИЛ(2-ЭТИЛГЕКСИЛ)ФОСФАТА В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



M = 398,53

Ди(2-этилгексил)фенилfosfat - прозрачная, вязкая, маслянистая жидкость с плотностью 0,961-0,996. В воде нерастворим, хорошо растворяется в спирте, эфире и других органических растворителях. Температура вспышки 190-203°C.



M = 330,41

Дифенил(2-этилгексил)fosfat - почти бесцветная вязкая жидкость с плотностью 1,09-1,17. В воде нерастворим, хорошо растворяется в органических растворителях. Температура вспышки 200°C.

I. Характеристика метода

Определение основано на гидролизе фосфатов до фенола и дальнейшем отсадлении фенола по реакции с диазотированным раствором п-нитроантидина, в результате чего образуется окрашенное соединение 4-окси-п-азо-4-нитробензоль.

Отбор проб проводится с концентрированием в этанол.

Предел измерения - 1 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе - 0,2 мг/м³(при отборе 5 л воздуха)
Диапазон измеряемых концентраций: 0,2 - 6,0 мг/м³.

Определение специфично при наличии в воздухе одного из ДАФФ. Влияние фенола устраняется в процессе анализа.

Граница суммарной погрешности измерений не превышает $\pm 25\%$.

Предельно допустимая концентрация дифенил(2-этилгексил)fosфата в воздухе - 0,5 мг/м³, ди(2-этилгексил)фенилфосфата - 1 мг/м³.

2. Реактивы, растворы и материалы

Натрия гидроокись, ГОСТ 4328-77, 0,01 н и 10%-ный растворы.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77, уд.веса I, I9 и 5 н раствор.

Пара-нитроанилин, ТУ 6-09-258-70, 0,5%-ный раствор. В 70 мл воды растворяют при нагревании 0,35 г п-нитроанилина. В полученный раствор добавляют 4 мл соляной кислоты уд.веса I, I9. Хранят в темной склянке.

Натрий азотистокислый, ГОСТ 4197-74, 25%-ный раствор. Хранят в темной склянке.

Пара-нитрофенилдиазоний. К 3,7 мл раствора п-нитроанилина, приготовленного вышеуказанным способом добавляют 0,25 мл 25%-ного раствора азотистокислого натрия и перемешивают стеклянной палочкой. Приготовление раствора на холоду ускоряет процесс азотирования. Раствор готовят в день анализа.

Спирт этиловый, ГОСТ 5962-67, реагент, 96%-ный.

Ди(2-этилгексил)фенилфосфат, ТУ 6-09-1611-73.

Дифенил(2-этилгексил)фосфат

Основные растворы ди(2-этилгексил)фенилфосфата и дифенил(2-этилгексил)фосфата. В колбу емкостью 25 мл наливают 10 мл этилового спирта и взвешивают. Биосят 2-3 капли фосфата и взвешивают вновь. Объем раствора доводят до метки этанолом. По разности второго и первого взвешивания определяют навеску фосфата и вычисляют содержание его в 1 мл раствора.

Стандартные растворы с концентрацией 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением основных растворов фосфатов этанолом.

Фенол, ГОСТ 6417-72, перегнанный.

Основной раствор фенола. В колбу емкостью 25 мл наливают 10 мл 0,01 н раствора гидроокиси натрия и взвешивают. Вносят 2-3 кристаллика фенола и снова взвешивают. Объем раствора доводят до метки 0,01 н раствором гидроокиси натрия. По разности в весе рассчитывают содержание фенола в 1 мл раствора.

Стандартный раствор фенола с концентрацией 10 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением основного раствора 0,01 н раствором гидроокиси натрия.

3. Приборы и посуда

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Аспирационное устройство.

Поглотительные приборы с пористой пластинкой №1 и №2.

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

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 25 и 50 мл.

Пробирки колориметрические градуированные с притертой пробкой.

Баня водяная.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через поглотительный прибор с пористой пластинкой №2, содержащий 5 мл этанола. Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 5 л воздуха.

Условия анализа

Содержимое поглотительного прибора переносят в колориметрическую пробирку с притертой пробкой, вносят 0,3 мл 10%-ного раствора гидроокиси натрия, закрывают пробирки пробками, перемешивают их содержимое и гидролизуют 40 минут на водяной бане при 73-76⁰С. Далее пробы концентрируют выпариванием до объема 0,3 мл. По охлаждении в пробу вводят до 3 мл 0,01 н раствор гидроокиси натрия, 0,12 мл 5 н раствора соляной кислоты (до нейтральной или слабокислой

реакции). Затем добавляют 0,2 мл пара-нитрофенилдиазония и 0,2 мл 10%-ного раствора гидроокиси натрия. После прибавления каждого реагента пробы тщательно перемешивают. По интенсивности образующегося окрашивания судят о количестве вещества в пробе. Определение можно проводить визуально или фотометрически при длине волны 490 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам. Содержание ДАФ в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице 4.

Таблица 4

Шкала стандартов

Номер стандарта	1	2	3	4	5	6	7	8
Стандартный раствор								
ДАФ, мл	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	1,5
этанол, мл	3	2,9	2,8	2,6	2,4	2,2	2,0	1,5
Содержание ДАФ, мкг	0	1	2	4	6	8	10	15

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам. Шкала устойчива I сутки.

Концентраций ДАФ в $\text{мг}/\text{м}^3$ воздуха (X) вычисляют по формуле:

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

где: G - количество ДАФ, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_1 - общий объем пробы, мл;

V - объем пробы, взятый для анализа, мл;

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

Примечание. В случае, если совместно с ДАФ в воздухе присутствует фенол, то последний определяют в параллельно отобранной пробе. Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через поглотитель-

тельный прибор с пористой пластинкой №1, содержащий 3 мл 0,01 н раствора гидроокиси натрия. Для определения 1/2 ЦДК для фенола необходимо отобрать 12 л воздуха. Пробу переводят в колориметрическую пробирку, прибавляют 0,1 мл пара-нитрофенилдизония и 0,1 мл 10%-ного раствора гидроокиси натрия, тщательно перемешивают и фотометрируют при 490 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно к аналогично пробе. Содержание фенола в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице 4, где в качестве стандартного раствора используют стандартный раствор фенола с концентрацией 10 мкг/мл, и в качестве поглотительного раствора 0,01 н раствор гидроокиси натрия. Все стандартные растворы обрабатывают аналогично пробе, измеряют оптическую плотность и строят графики.

По разности между количеством фенола, полученного при гидролизе ДАФ, и фенола, полученного без гидролиза, определяют количество ДАФ в пробе.

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t(273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33};$$

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

P - барометрическое давление, кПа (101,33 кПа=760 мм рт.

t° - температура воздуха в месте отбора пробы, $^{\circ}\text{C}$

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (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°C
и атмосферное давление 101,33 кПа

° C	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,40	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
-30	I.I582	I.I646	I.I709	I.I772	I.I836	I.I899	I.I963	I.2026	I.2058	I.2122	I.2185
-26	I.I393	I.I456	I.I519	I.I581	I.I644	I.I705	I.I768	I.I831	I.I862	I.I925	I.I986
-22	I.I212	I.I274	I.I336	I.I396	I.I458	I.I519	I.I581	I.I643	I.I673	I.I735	I.I795
-18	I.I036	I.I097	I.II58	I.I278	I.I278	I.I338	I.I399	I.I460	I.I490	I.I551	I.I611
-14	I.0866	I.0926	I.0986	I.I045	I.II05	I.II64	I.I224	I.I284	I.I313	I.I373	I.I432
-10	I.0701	I.0760	I.0819	I.0877	I.0936	I.0994	I.I053	I.III2	I.II41	I.I200	I.I258
-6	I.0540	I.0599	I.0657	I.0714	I.0772	I.0829	I.0887	I.0945	I.0974	I.I032	I.I089
-2	I.0385	I.0442	I.0499	I.0556	I.0613	I.0669	I.0726	I.0784	I.0812	I.0869	I.0925
0	I.0309	I.0366	I.0423	I.0477	I.0535	I.0591	I.0648	I.0705	I.0733	I.0789	I.0846
+2	I.0234	I.0291	I.0347	I.0402	I.0459	I.0514	I.0571	I.0627	I.0655	I.0712	I.0767
+6	I.0087	I.0143	I.0198	I.0253	I.0309	I.0363	I.0419	I.0475	I.0502	I.0557	I.0612
+10	0.9944	0.9999	I.0054	I.0108	I.0162	I.0216	I.0272	I.0326	I.0353	I.0407	I.0462
+14	0.9806	0.9860	0.9914	0.9967	I.0027	I.0074	I.0128	I.0183	I.0209	I.0263	I.0316
+18	0.9671	0.9725	0.9778	0.9830	0.9884	0.9936	0.9989	I.0043	I.0069	I.0122	I.0175
+20	0.9605	0.9658	0.9711	0.9763	0.9816	0.9868	0.9921	0.9974	I.0000	I.0053	I.0105
+22	0.9539	0.9592	0.9645	0.9696	0.9749	0.9800	0.9853	0.9906	0.9932	0.9985	I.0036
+24	0.9475	0.9527	0.9579	0.9631	0.9683	0.9735	0.9787	0.9839	0.9865	0.9917	0.9968
+26	0.9412	0.9464	0.9516	0.9566	0.9618	0.9669	0.9721	0.9773	0.9799	0.9851	0.9902
+28	0.9349	0.9401	0.9453	0.9503	0.9555	0.9605	0.9657	0.9708	0.9734	0.9785	0.9836
+30	0.9288	0.9339	0.9391	0.9440	0.9492	0.9542	0.9594	0.9645	0.9670	0.9723	0.9772
+34	0.9167	0.9218	0.9268	0.9318	0.9368	0.9418	0.9468	0.9519	0.9544	0.9595	0.9644
+38	0.9049	0.9099	0.9149	0.9198	0.9248	0.9297	0.9347	0.9397	0.9421	0.9471	0.9520

Приложение 3

**Вещества, определяемые по ранее утвержденным
и опубликованным Методическим Указаниям**

# пп	Наименование вещества	Опубликованные МУ
1.	Полиоксиамид	ТУ на метод определения пыль в воздухе промышленных предприятий. Выпуск IV, 1965 г., стр.165.
2.	Полибензоксазол	- " -
3.	Сополимер стирола и метилметакрилата (Инкар-27)	- " -
4.	Сополимер бутилакрилата, стирола, метилметакрилата, аллилметакрилата (Инкар-27а)	- " -
5.	Сополимер винилхлорида, винилацетата и винилового спирта (А-150М)	- " -
6.	Поликсадиазол (ПОД-2)	- " -
7.	Сополимер винилхлорида и метилакрилата МА-20	- " -
8.	Летучие вещества, выделяющиеся при вулканизации шинной резины (по сумме аминов)	ТУ на метод определения фенил- <i>β</i> -нафтиламина. Выпуск УП, 1971 г. стр.60.

Приложение 4

**Перечень
учреждений, представивших методические указания
в данный сборник**

Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание
Фотометрическое определение адипиновой и себациновой кислот	Институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
Фотометрическое определение бутилнитрита	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса)	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Поляграфическое определение вольфрама	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетраамина	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Поляграфическое определение диэтилтеттурида	ЦИУВ, кафедра промгигиены г.Москва
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилfosфата и дифенил(2-этилгексил)fosфата	Институт гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
Фотометрическое определение 3,4-диметокси-фенилацетонитрила (гомонитрила)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР. г.Москва - " -
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида	Одесский медицинский институт
Фотометрическое определение 2,3-дибром-2-бутен-1,4-диола	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г."Москва
Фотометрическое определение 1,2-диметоксибензола (вератрола)	Белорусский санитарно-гигиенический институт
Газохроматографическое определение дибутилсебацинаты	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацинаты и диоктиладипината	ГОСНИИ ХЛОРИПРОЕКТ, г.Киев
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса	Уфимский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение кетоэфира	

1	2
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол, изобутанол, углеводороды)	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Хроматографическое определение каторана	Ташкентский медицинский институт
Фотометрическое определение канифоли	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение летучих жирных кислот	- " -
Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля	ВНИИГ, г.Москва
Полярографическое определение марганца и железа	ВДНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Полярографическое определение меди	- " -
Газохроматографическое определение метанола из бензометанольной смеси	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Фотометрическое определение метурина	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Полярографическое определение молибдена	ВДНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Газохроматографическое определение метилового, этилового, изопропилового, н-пропилового, н-бутилового, втор-бутилового и изобутилового спиртов	- " -
Газохроматографическое определение 3-нитро-4-хлорбензотрифторида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Газохроматографическое определение норборнен ^g и норбарнадиена	- " -
Газохроматографическое определение окиси углерода	Казанское пуско-наладочное управление инженерно-производственного треста "Оргнефтехимзаводы"
Полярографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
Спектрофотометрическое определение стиromалла	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение тетраэтилсвинца	- " -

I	2
Поляграфическое определение титана	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение тиодифениламина	Донецкий НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение третичных жирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина,диметилэтаноламина,диэтилэтаноламина,триэтаноламина)	- " -
Фотометрическое определение трифторметилфенилмочевины	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы
Хроматографическое определение фенурона	- " -
Фотометрическое определение фенилметилмочевины	- " -
Фотометрическое определение хлористого натрия	Донецкий НИИ гигиены труда и профзаболеваний
Хроматографическое определение хлорэндикового ангидрида	ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев
Поляграфическое определение хрома (VI и III)	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
Фотометрическое определение цианистого водорода	Ленинградский НИИ гигиени труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение этилена,пропилена и ацетальдегида	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР г.Москва

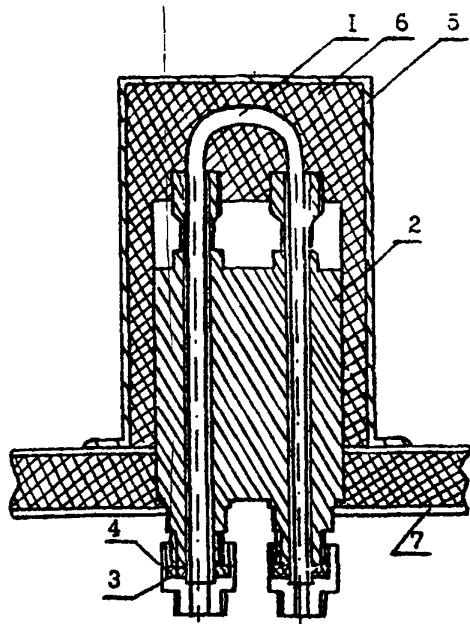


Рис.1. Общий вид установки реактора в испаритель.
 1 - реактор, 2 - испаритель, 3 - букса,
 4 - штуцер, 5 - кожух испарителя,
 6 - шлаковата, 7 - крышка блока анализа-

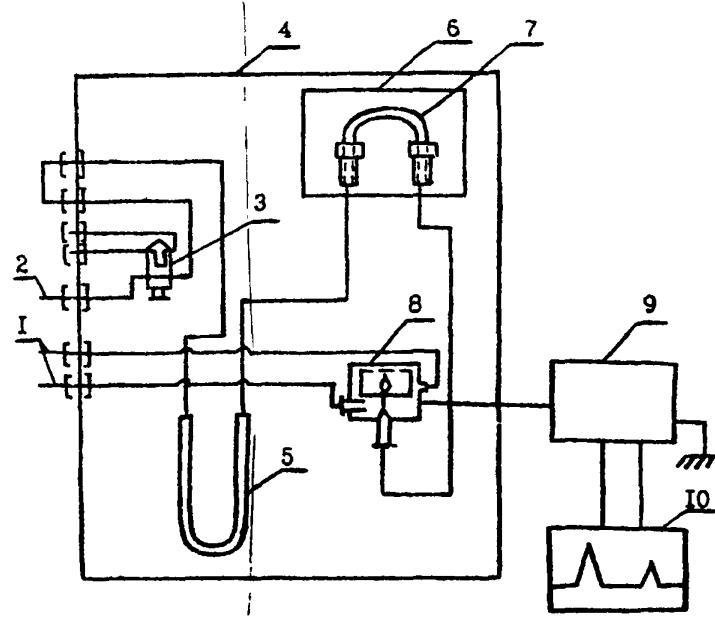


Рис.2. Схема подключения реактора.
 1 - подача воздуха, 2 - подача водорода,
 3 - кран-дозатор, 4 - блок анализатора,
 5 - хроматографическая колонка, 6 - кожух
 с теплоизоляционным материалом, 7 - реактор,
 8 - детектор, 9 - усилитель, 10 - потенциометр.

СОДЕРЖАНИЕ

стр.

Фотометрическое определение адипиновой и себациновой кислот.....	3
Фотометрическое определение бутилнитрита.....	7
Газохроматографическое определение винилглицидилового эфира этиленгликоля (винилокса).....	10
Полярографическое определение вольфрама.....	13
Газохроматографическое определение диэтилентриамина, этилендиамина, триэтилентетрамина.....	17
Полярографическое определение диэтилтеллурида.....	21
Фотометрическое определение ди(2-этилгексил)фенилfosфата и дифенил(2-этилгексил)fosфата.....	25
Фотометрическое определение 3,4-диметоксифенилацетонитрила (гомонитрила).....	30
Фотометрическое определение 3,4-диметоксибензилхлорида..	34
Фотометрическое определение 2,3-дibром-2-бутен-1,4-диола.....	37
Фотометрическое определение 1,2-диметоксибензола (вератрола).....	40
Газохроматографическое определение дибутилсебацинаты....	43
Газохроматографическое определение дибутилфталата, диоктилфталата, дибутилсебацинаты и диоктиладипинаты.....	47
Газохроматографическое определение изопропилхлорекса....	52
Газохроматографическое определение кетозифира.....	55
Газохроматографическое определение компонентов бензометанольной смеси (метанол, изобутанол, углеводороды)....	60
Хроматографическое определение каторана.....	65
Фотометрическое определение канифоли.....	69
Газохроматографическое определение летучих жирных кислот.....	72
Спектрофотометрическое определение масляного аэрозоля...	76

	стр.
Полярографическое определение марганца и железа.....	80
Полярографическое определение меди.....	86
Газохроматографическое определение метанола из бензо- метанольной смеси.....	90
Фотометрическое определение метурина.....	93
Полярографическое определение молибдена.....	97
Газохроматографическое определение метилового, этилового, изопропилового, н-пропилового, н-бутилового, втор-бутило- вого и изобутилового спиртов.....	102
Газохроматографическое определение 3-нитро-4-хлорбензо- трифторида.....	106
Газохроматографическое определение норборнена и нор- борнадиена.....	109
Газохроматографическое определение окиси углерода.....	113
Полярографическое определение свинца, олова, меди и кадмия при совместном присутствии.....	117
Спектрофотометрическое определение стиромоли.....	122
Газохроматографическое определение тетраэтилсвинцида.....	125
Полярографическое определение титана.....	129
Фотометрическое определение тиодифениламина.....	134
Фотометрическое определение третичных азирных аминов и аминоспиртов (триэтиламина, диметилэтаноламина, диэтил- этаноламина, триэтаноламина).....	137
Фотометрическое определение трифторметилфениламочевины...	142
Хроматографическое определение фенурона.....	145
Фотометрическое определение фенилметиламочевины.....	150
Фотометрическое определение хлористого натрия.....	153
Хроматографическое определение хлорендикиового ангидрида.	156
Полярографическое определение хрома (VI и III).....	161
Фотометрическое определение цианистого водорода.....	167
Газохроматографическое определение этилена, пропилена и ацетальдегида.....	171