

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVIII

Москва, 1983 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

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

Выпуск XVIII

Москва, 1983 г.

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

Выпуск XIII

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

Редакционная коллегия : Мельникова Л.В., Боляков А.А.,
Бабина М.Д., Овечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

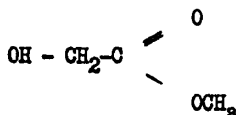
В.И. ЗАЙЦЕВ А.И. ЗАЙЦЕВ

"21" марта 1983 г.

2489-РЗ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ МЕТИЛОВОГО ЭФИРА МЕТОКСИУКСУСНОЙ КИСЛОТЫ В ВОЗДУХЕ



M = 104,18

Метилловый эфир метоксиксусной кислоты - жидкость со специфическим запахом, плотность 1,1677 (при 18°), т.кип.151,2°С, хорошо растворима в воде, этаноле, эфире, хлороформе.

Агрегатное состояние - пары.

I. Общая часть

1. Определение основано на омылении метилового эфира метоксиксусной кислоты до метилового спирта, окислении последнего до формальдегида и реакции его с хромотропной кислотой.

2. Предел обнаружения - 10 мкг в анализируемом объеме пробы.

3. Предел обнаружения в воздухе - 0,50 мг/м³ (при отборе 27 л воздуха).

4. Погрешность определения ± 2%.

5. Диапазон измеряемых концентраций 0,5-5 мг/м³.

6. Определению не мешает этиловый эфир циануксусной кислоты, мешает - метанол и формальдегид.

7. Ориентировочный, безопасный уровень воздействия в воздухе - 1 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы.

Метиловый эфир метоксиуксусной кислоты, перегнанный с т.кип. 151,2°C.

Стандартный раствор метилового эфира метоксиуксусной кислоты № 1 с содержанием 1 мг/мл. Готовят растворением 25 мг вещества в 2,5% растворе едкого натра в мерной колбе на 25 мл. Раствор устойчив в течение месяца.

Стандартный раствор № 2 с содержанием 100 мкг/мл. Готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 раствором едкого натра. Раствор устойчив в течение двух недель.

Натр едкий, ГОСТ 4328-77, 2,5% раствор.

Кислота серная, ГОСТ 4204-77, разбавленная 1:1.

(по объему)

Кальций марганцевокислый, ГОСТ 204890-75, 2% раствор.

Натрий сернистокислый (сульфит) ГОСТ 195-77, насыщенный водный раствор. Раствор устойчив в течение 2-3 суток.

Хромотроповая кислота или её динатриевая соль, РТУП-6-09-3749-77. Растворяют 0,2 г препарата в 4 мл воды и добавляют 100 мл серной кислоты плотностью 1,84. Раствор пригоден в течение 1 дня.

а. Применяемая посуда и приборы.

Поглотительные сосуды с пористой пластинкой № 2.

Пробки колориметрические из бесцветного стекла высотой 120 мм, внутренний диаметр 15 мм.

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

Колбы конические, ГОСТ 1770-74, вместимостью 50 и 100 мл.

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

Баня водяная.

III. Отбор пробы воздуха

10. Воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через 2 последовательно соединенных поглотительных сосуда с полой пластинкой, содержащих по 4 мл 2,5% раствора едкого натра. Для определения концентраций на уровне 1/2 ОБУВ следует отобрать 27 л воздуха. Отобранные пробы сохраняются в течение 3-х дней.

IV. Описание определения

11. В колориметрические пробирки отбирают по 3 мл раствора из каждого поглотительного сосуда, добавляют по 0,5 мл раствора серной кислоты (1:1), 0,4 мл раствора марганцовокислого калия и перемешивают. Спустя 5 мин вносят по каплям раствор сульфита натрия до обесцвечивания и 3 мл раствора хромотроповой кислоты. Содержимое пробирок перемешивают и помещают на 15 мин в кипящую водяную баню. После охлаждения растворы фотометрируют в кювете с толщиной слоя 10 мм при длине волны 580 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Содержание метилового эфира метоксиуксусной кислоты определяют по предварительно построенному градуировочному графику.

Для построения градуировочного графика готовят ш. л. стандарты согласно табл. 31.

Таблица 31

Шкала стандартов

Номер стандарта	Стандартный раствор №2, мл	2,5% раствор едкого натра, мл	Содержание метилового эфира метоксиуксусной кислоты, мкг
1	0	3,0	0
2	0,1	2,9	10,0
3	0,2	2,8	20,0
4	0,4	2,6	40,0
5	0,6	2,4	60,0
6	0,8	2,2	80,0
7	1,0	2,0	100,0

Во пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптические плотности и строят график. Стандартная шкала устойчива в течение суток.

Концентрацию метилового эфира метоксикукусусной кислоты в мг/м^3 воздуха (X) вычисляют по формуле:

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

G - количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы,
мкг.

V_i - общий объем пробы, мл.

V - объем пробы, взятый для анализ , мл.

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

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л

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

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °С

Для удобства расчета V_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

КОЭФФИЦИЕНТЫ

для приведения объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°C и атмосферное давление 101,33 кПа

°C	Давление P, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86	102,40
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122	1,2185
- 26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925	1,1986
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735	1,1795
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551	1,1611
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373	1,1432
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200	1,1258
- 6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032	1,1039
- 2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869	1,0925
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789	1,0846
+ 2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712	1,0767
+ 6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557	1,0612
+10	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407	1,0462
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0021	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263	1,0316
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122	1,0175

°C	Давление P, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,53	101,86	102,40
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053	1,0105
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	1,0036
+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	0,9482	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

22.1

Приложение 3

Рисунки к сборнику № 18 "Методические указания по методам определения вредных веществ в воздухе".

Рис.1 Стекло́нная тру́бка с пористой пластинкой.

Рис.2 Схема динамического диффузионного дозатора:

- 1 - сатуратор.
- 2 - тройник - капилляр.
- 3 - капиллярная колонка.
- 4 - сборник.

Рис.3 Концентрационная трубка:

- 1 - стеклянная сетка, впаянная в трубку.
- 2 - стекловата.
- 3 - адсорбент.

Рис.4 Патрон плексигласовый для отбора проб воздуха:

- 1 - штуцер.
- 2 - ниппель
- 3, 5 - кольцо
- 4 - фильтр

Рис.5 Схема установки для отбора пробы воздуха:

- 1 - сорбционная трубка
- 2 - перфорированная перегородка с отверстиями $d=0,8\text{ мм}$.
- 3 - Г - образная стеклянная переходная трубка.
- 4 - поглотительные сосуды Рихтера.
- 5 - резиновые муфты.

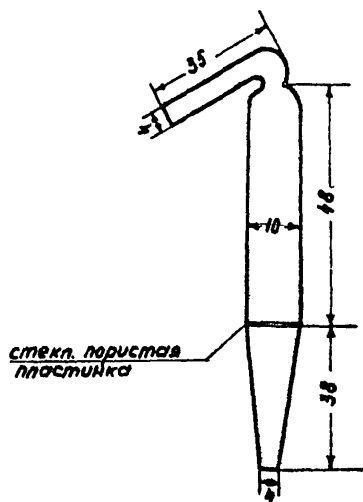


Рис. 1. Стеклянная трубка с пористой пластинкой для отбора проб воздуха

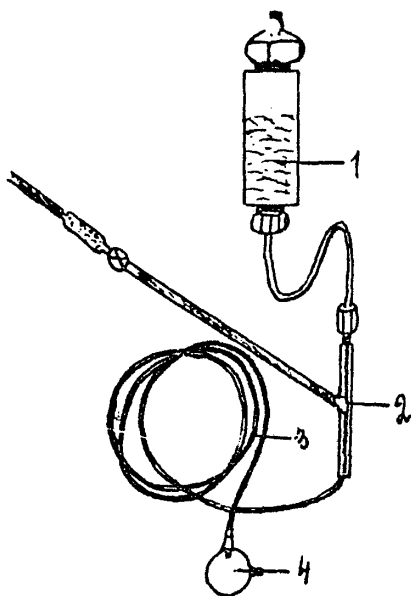


Рис. 2. Схема динамического диффузионного дозатора.

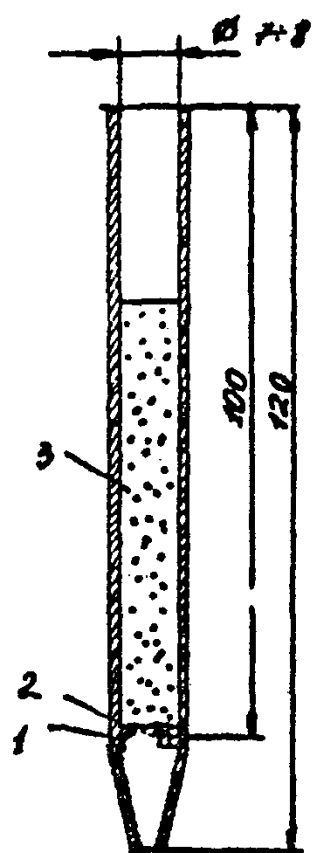


Рис.3. Концентрационная трубка

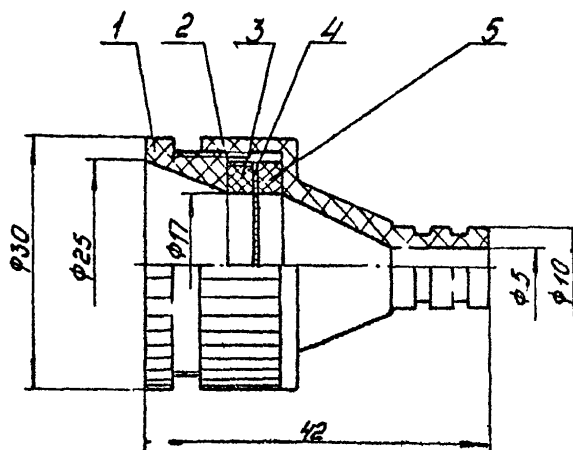


Рис. 4 Патрон плексигласовый
для отбора проб воздуха.

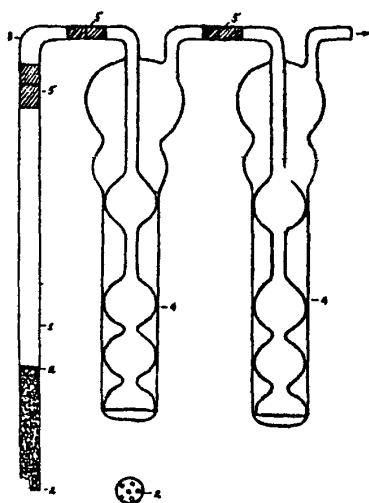


Рис. 5. Схема установки для отбора пробы воздуха.

Приложение 4

ПЕРЕЧЕНЬ

учреждений, представивших методические указания в данный
сборник

№ п/п	Методические указания	Учреждение, представившее методическое указание
I	Методические указания по газохромато- графическому определению бальзама лесного "А" в воздухе	Белорусский санитарно- гигиенический институт
2	Методические указания по методам определения вернама в воздухе	Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
3	Методические указания по газохрома- тографическому определению гекса- хлорбензола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
4	Методические указания по газохромато- графическому определению гексафторида серы в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Акаде- мии медицинских наук СССР
5	Методические указания по хроматогра- фическому определению 4,4-дифенил- бис-малеимида в воздухе	ГорСЭС г.Москвы
6	Методические указания по газохромато- графическому определению 2,3-д.хлор- пропена в воздухе	Новосибирский НИИ гигиены
7	Методические указания по газохромато- графическому определению дихлорэтана, псевдокумола, моно- и дихлорметил- псевдокумола в воздухе	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
8	Методические указания по газохромато- графическому определению изосетилово- го спирта в воздухе	Институт биофизики Минздрава СССР, г. Москва
9	Методические указания по газохромато- графическому определению изомеров хлортолуола в воздухе	НИИ гигиены труда и профзаболеваний Акаде- мии медицинских наук СССР
10	Методические указания по газохрома- тографическому определению метил- трет-бутилового эфира в воздухе	Ярославский НИИ мономеров для СК
II	Методические указания по газохромато- графическому определению метилтолуи- лата, динила и диметилтерефталата в воздухе	Белорусский санитарно- гигиенический институт

- | | | |
|----|---|--|
| 12 | Методические указания по газохромато-графическому определению метилфенил-диметоксисилана в воздухе | СЭС г.Данков |
| 13 | Методические указания по газохромато-графическому определению моно-нитро-нафталина и изомеров 1,5 и 1,8 - динитронафталина в воздухе | НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР |
| 14 | Методические указания по хроматографическому определению пиридона и нитропиридона в воздухе | -- |
| 15 | Методические указания по газохроматографическому определению пропионового альдегида в воздухе | ВНИИ нефтехим,
г.Ленинграда |
| 16 | Методические указания по методам определения ФДН в воздухе | Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| 17 | Методические указания по газохромато-графическому определению фосфорорганических пестицидов (карбофос, метафос, метилнитрофос, бромфос, трихлор-метафос - 3, цидиал, цианокс в воздухе) | ВНИИГИНТОКС |
| 18 | Методические указания по газохромато-графическому определению фурана, тетрагидрофурана и сальвана в воздухе | Узбекский НИИ санитарии, гигиены и профзаболеваний |
| 19 | Методические указания по газохромато-графическому определению хлоризопрена, хлорметилбутена и дихлорметилбутена в воздухе | Научно-производственное объединение "НАИРИТ" |
| 20 | Методические указания по хроматографическому определению холинхлорида в воздухе | Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| 21 | Методические указания по газохромато-графическому определению циодрина в воздухе | ВНИИГИНТОКС |
| 22 | Методические указания по газохромато-графическому определению эпихлоргидрина (ЭХГ) в воздухе | Ростовский медицинский институт |
| 23 | Методические указания по спектрографическому определению алюминия, ванадия, кремния, лития, меди, никеля, олова, сурьмы, титана, хрома, цинка и их неорганических соединений в воздухе | Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |

- | | | |
|----|---|--|
| 24 | Методические указания по спектрографическому определению хрома, никеля, кобальта, железа, марганца, алюминия, молибдена, меди, титана и вольфрама в воздухе | Институт охраны труда ВЦСПС (г.Москва) |
| 25 | Методические указания по фотометрическому определению алумосиликата бария в воздухе | Первый Московский мединститут |
| 26 | Методические указания по фотометрическому определению акролеина в воздухе | Штаб военизированных горноспасательных частей Урала г.Свердловск |
| 27 | Методические указания по фотометрическому определению арсенида галлия в воздухе | Первый Московский мединститут |
| 28 | Методические указания по фотометрическому определению ББК в воздухе | Ленинградский санитарно-гигиенический мединститут |
| 29 | Методические указания по фотометрическому определению бромбензантрона и дибромбензантрона в воздухе | Харьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| 30 | Методические указания по фотометрическому определению ванилина в воздухе | Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| 31 | Методические указания по фотометрическому определению гваякола в воздухе | - " |
| 32 | Методические указания по фотометрическому определению диалкилфталата в воздухе | НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР |
| 33 | Методические указания по спектрофотометрическому определению дилупина в воздухе | Рижский мединститут |
| 34 | Методические указания по фотометрическому определению димера метилциклопентадиена в воздухе | НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР |
| 35 | Методические указания по фотометрическому определению 3,5-динитро-4-хлорбензойной кислоты в воздухе | Подсекция "Промышленно-санитарная химия" |
| 36 | Методические указания по фотометрическому определению метилового эфира метоксикусусной кислоты в воздухе | НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР |

- | | | |
|----|--|--|
| 37 | Методические указания по фотометрическому определению монохлоракрилата пропиленгликоля в воздухе | Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| 38 | Методические указания по фотометрическому определению монохлорметилпсевдокумола в воздухе | Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| 39 | Методические указания по фотометрическому определению озона в воздухе | Ленинградский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| 40 | Методические указания по фотометрическому определению о-оксибензилового спирта в воздухе | Харьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| 41 | Методические указания по фотометрическому определению I-оксиптилендифосфоновой кислоты, тринатриевой соли оксиптилендифосфоновой кислоты и нитрилотриметилфосфоновой кислоты в воздухе | ВНИИ "ИРКА" г.Москва |
| 42 | Методические указания по спектрофотометрическому определению пирена в воздухе | Свердловский НИИ гигиены труда и профзаболеваний |
| 43 | Методические указания по фотометрическому определению рифампицина в воздухе | ВНИИ антибиотиков |
| 44 | Методические указания по фотометрическому определению фосфиноксида разнорадикального $C_5 - C_9$ и триэтилфосфинооксида в воздухе | Саратовский медицинский институт |
| 45 | Методические указания по фотометрическому определению фуразолидона в воздухе | Рижский медицинский институт |
| 46 | Методические указания по фотометрическому определению этилового эфира циануксусной кислоты в воздухе | НИИ гигиены труда и профзаболеваний Академии медицинских наук СССР |
| 47 | Методические указания по титриметрическому определению хсантогенатов в воздухе | Армянский НИИ общей гигиены и профзаболеваний |

СОДЕРЖАНИЕ

Методические указания по газохроматографическому определению балзама лесного "А" в воздухе	3
Методические указания по методам определения вер- нама в воздухе	6
Методические указания по газохроматографическому определению 1-хлорбензола в воздухе	15
Методические указания по газохроматографическому определению гексафторида серы в воздухе	19
Методические указания по хроматографическому определению 4,4-дитиодифенил-бис-малеида в воздухе	22
Методические указания по газохроматографическому определению 2,3-дихлорпропена в воздухе	26
Методические указания по газохроматографическому определению дихлорэтана, псевдокумола, моно- и дихлорметил-псевдокумола в воздухе	30
Методические указания по газохроматографическому определению изобутилового спирта в воздухе	37
Методические указания по газохроматографическому определению изомеров лортолуола в воздухе	41
Методические указания по газохроматографическому определению метил-третбутилового эфира в воздухе	45
Методические указания по газохроматографическому определению метилтолуилата, диэтила и диметилтере- фталата в воздухе	50
Методические указания по газохроматографическому определению метилфенилдиметоксисилана в воздухе	56
Методические указания по газохроматографическому определению моно-нитронафталина и изомеров 1,5- и 1,8-динитротронафталина в воздухе	60
Методические указания по хроматографическому определению пиридона и нитропиридона в воздухе	65
Методические указания по газохроматографическому определению пропенового альдегида в воздухе	70
Методические указания по методам определения ФДН в воздухе	75
Методические указания по газохроматографическому определению фосфорорганических пестицидов (кар- бофос, метафос, метилнитрофос, бромфос-З, цитиал, цианокс) в воздухе	83

Методические указания по газохроматографическому определению фурана, тетрагидрофурана и сивлана в воздухе	89
Методические указания по газохроматографическому определению хлоризопрена, хлорметилбутена и дихлорметилбутена в воздухе	94
Методические указания по хроматографическому определению хлоридов в воздухе	98
Методические указания по газохроматографическому определению циодрина в воздухе	103
Методические указания по газохроматографическому определению эпихлоргидрина (ЭХГ)	108
Методические указания по спектрографическому определению алюминия, ванадия, кремния, лития, магния, меди, никеля, олова, сурьмы, титана, хрома, железа и их органических соединений в воздухе	112
Методические указания по спектрографическому определению хрома, никеля, кобальта, железа, марганца, алюминия, молибдена, меди, титана и вольфрама в воздухе	118
Методические указания по фотометрическому определению аллюмосиликата бария в воздухе	126
Методические указания по фотометрическому определению акролеина в воздухе	130
Методические указания по фотометрическому определению арсенида галлия в воздухе	134
Методические указания по фотометрическому определению БВК в воздухе	139
Методические указания по фотометрическому определению бромбензантрона и дибромбензантрона в воздухе	144
Методические указания по фотометрическому определению венилина в воздухе	148
Методические указания по фотометрическому определению гваякола в воздухе	152
Методические указания по фотометрическому определению диалкилфталата в воздухе	156
Методические указания по спектрофотометрическому определению димидина в воздухе	159
Методические указания по фотометрическому определению димера метилдихлорэтилена в воздухе	163

Методические указания по фотометрическому определению 3,5-динитро-4-хлорбензойной кислоты в воздухе	166
Методические указания по фотометрическому определению метилового эфира метоксиуксусной кислоты в воздухе	169
Методические указания по фотометрическому определению монометакрилата пропиленгликоля в воздухе	173
Методические указания по фотометрическому определению монохлорметилпсевдокумала в воздухе	177
Методические указания по фотометрическому определению озона в воздухе	181
Методические указания по фотометрическому определению о-оксипензилового спирта в воздухе	186
Методические указания по фотометрическому определению 1-оксиэтилендифосфоновой кислоты, тринатриевой соли оксиэтилендифосфоновой кислоты и нитрилотриметиленфосфоновой кислоты в воздухе	189
Методические указания по спектрофотометрическому определению пирена в воздухе	194
Методические указания по фотометрическому определению рифамицина в воздухе	198
Методические указания по фотометрическому определению фосфиноксида разнорадикального $C_5 - C_9$ и триизоамилфосфиноксида в воздухе	202
Методические указания по фотометрическому определению фуразолидона в воздухе	207
Методические указания по фотометрическому определению этилового эфира пануксусной кислоты в воздухе	211
Методические указания по титриметрическому определению ксантогенатов в воздухе	215
Приложение 1. Формула для приведения объема воздуха к стандартным условиям	218
Приложение 2. Таблица коэффициентов для приведения объема воздуха к стандартным условиям	219
Приложение 3. Висунки к сборнику № 18	221
Приложение 4. Перечень учреждений, представивших методические указания в данный сборник	227

Д-72444 от 14.06.83г. Зак. 1596 Тир. 1160

Типография Министерства Здравоохранения СССР.