

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

---

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ  
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVI

Москва, 1980

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

Москва, 1980 г.

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

### Выпуск XVI

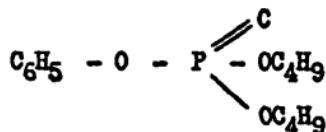
Настоящие методические указания распро-  
страняются на определение содержания  
вредных веществ в воздухе промышленных  
помещений при санитарном контроле.

Редакционная коллегия: Тарасов В.В., Бабина М.Д.,  
Набиев М.И., Дьякова Г.А., Озечкин В.Г.

УТВЕРЖДАЮ

А.И.ЗАИЧЕНКО  
"23" сеcти, 40 ф.з 1980 г  
№ 2220-80

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
НА ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДИБУТИЛФЕНИЦОСФАТА  
В ВОЗДУХЕ



N.Y. 286

Дибутилфенилfosfat (ДБФ) жидкость, практически без запаха, удельный вес при  $20^{\circ}\text{C}$  – 1,065, Т.кип. –  $165^{\circ}\text{C}$  при 5 мм рт.ст. Т.кип –  $330^{\circ}\text{C}$  при 76 мм рт.ст., Т.пл ниже (-)  $70^{\circ}\text{C}$ , упругость пара в мм рт.ст. при  $20^{\circ}\text{C}$   $8 \cdot 10^{-4}$  (расчетная). В воде нерастворим, в органических растворителях растворим без ограничения.

## I. Общая часть

1. Определение основано на разрушении ДБФ до фосфорной кислоты и фотометрическом определении последней по синему фосфорно-молибденовому комплексу.
  2. Предел обнаружения 20 мкг в анализируемом объеме раствора
  3. Предел обнаружения 0,05 мг/м<sup>3</sup> (расчетный)
  4. Погрешность определения  $\pm 25\%$
  5. Диапазон измеряемых концентраций 0,05–0,2 мг/м<sup>3</sup>

6. Другие фосфор-мышьяковоорганические соединения мешают определению

7. Предельно допустимая концентрация дибутилфенилfosфата в воздухе 0,1 мг/м<sup>3</sup>.

## II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы:

Калий фосфорнокислый однозамещенный, ч.д.а., ГОСТ 4198-65, перекристаллизованный

Стандартный раствор № 1, содержащий 100 мкг/мл, готовят растворением 0,0109 г однозамещенного фосфата калия в мерной колбе емкостью 25 мл. Устойчив 1 месяц.

Стандартный раствор № 2, содержащий 10 мкг/мл, готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1. Устойчив 5 дней.

Серная кислота, х.ч., ГОСТ 4204-77, концентрированная и 10% раствор.

Аммоний молибденово-кислый, х.ч., ГОСТ 3765-64, 2,5% раствор в 10% серной кислоте. Растворение проводят при нагревании на водяной бане. Раствор сохраняется в темной склянке в течение 4-5 суток.

Гидразин сернокислый, ч.д.а., ГОСТ 5841-65, 0,1 раствор. Раствор устойчив в течение 2-3 суток.

Этиловый спирт, ГОСТ 5963-67

Обеззоленный фильтр "синяя лента",

9. Применяемая посуда и приборы:

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Колбы Кельдаля, емкостью 50 мл

Колориметрические пробирки, плоскодонные из бесцветного стекла высотой 120 мм, с внутренним диаметром 15 мм.

Делительные воронки емкостью 25 мл  
Пипетки, ГОСТ 20292-74, на 1,5 и 10 мл с ценой деления на 0,01;  
0,05 и 0,1 мл

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

Баня водяная

Спектрофотометр или фотоалектроколориметр.

#### Ш. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 20 л/мин аспирируют через укрепленный в фильтродержатель бумажный фильтр. Для определения I/2 предельно допустимой концентрации следует отобрать 600 л воздуха.

#### IV. Описание определения

Фильтр помещают в делительную воронку и заливают дважды по 3 мл этилового спирта. Делительную воронку энергично встряхивают и оставляют на 30 минут. Содержимое делительной воронки переносят в колбу Кильдаля, фильтр отжимают стеклянной палочкой и раствор сливают в колбу Кильдаля. Затем колбу помещают в водянную баню и выпаривают спирт досуха. К сухому остатку добавляют 0,02 г аммония азотокислого и 1 мл конц. серной кислоты и смесь нагревают через asbestosовую сетку на пламени газовой горелки до выделения густых белых паров серного ангидрида. Затем колбу охлаждают и добавляют трижды по 1 мл дистиллированной воды, выпаривая воду почти досуха, для перевода мета- и широфосфатов, которые могут образоваться при нагревании с  $H_2S O_4$ . Полученный раствор после охлаждения переливают в пробирку, тщательно слив остатки раствора из колбы Кильдalia дистиллированной водой в пробирку (8 мл). Полноту вымывания проверяют по универсальной бумаге ( $pH \sim 6-7$ ). Отбирают от 1 до 8 мл (в зависимости от содержания вещества) раствора в колориметрическую пробирку, добавляют недостающий до 8 мл объем, приливают

1,0 мл раствора молибдата аммония и 0,6 мл сульфата гидразина. Пробирки встраивают и помещают на 5 минут в кипящую водяную баню. После охлаждения фотометрируют в кюветах с толщиной слоя 1 см при длине волны 630 нм по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам. Содержание ДБФ в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику, для построения которого готовят шкалу стандартов согласно таблице 9.

Таблица 9

## Шкала стандартов

Номер стандартов	1	1	2	1	3	1	4	1	5	1	6	1	7
Стандартный раствор фосфорнокислого калия, однозамещенного йодом, мк	0	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7						
Вода, мл	8	7,8	7,7	7,6	7,5	7,4	7,3						
Содержание фосфора, мкг	0	2	3	4	5	6	7						

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам. Стандартная шкала устойчива 7 суток. Концентрацию ДБФ в  $\text{мг}/\text{м}^3$  воздуха ( $X$ ) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{\gamma \cdot V \cdot K}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

$\gamma$  - количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг

$V$  - общий объем пробы, мл

$K$  - коэффициент пересчета фосфора на ДБФ = 9,2

$V$  - объем пробы, взятый для анализа, мл

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

## Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

$V_t$  - объем воздуха, отобранный для анализа, л

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

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

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

## КОЭФФИЦЕНТЫ

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

C	Давление Р, кПа										
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,66	102,40
J	I,1582	I,1646	I,1709	I,1772	I,1836	I,1699	I,1963	I,2026	I,2058	I,2122	I,2185
6	I,1393	I,1456	I,1519	I,1581	I,1644	I,1705	I,1768	I,1831	I,1862	I,1925	I,1986
2	I,1212	I,1274	I,1336	I,1396	I,1458	I,1519	I,1581	I,1643	I,1673	I,1735	I,1795
3	I,1036	I,1097	I,1158	I,1218	I,1278	I,1338	I,1399	I,1460	I,1490	I,1551	I,1611
4	I,0866	I,0926	I,0986	I,1045	I,1105	I,1164	I,1224	I,1284	I,1313	I,1373	I,1432
D	I,0701	I,0760	I,0819	I,0877	I,0936	I,0994	I,1053	I,1112	I,1141	I,1200	I,1258
	I,0540-	I,0599	I,0657	I,0714	I,0772	I,0829	I,0887	I,0945	I,0974	I,1032	I,1099
	I,0385	I,0442	I,0499	I,0556	I,0613	I,0669	I,0726	I,0784	I,0812	I,0869	I,0925
	I,0309	I,0366	I,0423	I,0477	I,0535	I,0591	I,0648	I,0705	I,0733	I,0789	I,0846
	I,0234	I,0291	I,0347	I,0402	I,0459	I,0514	I,0571	I,0627	I,0655	I,0712	I,0767
	I,0087	I,0143	I,0198	I,0253	I,0309	I,0363	I,0419	I,0475	I,0502	I,0557	I,0612
J	0,9944	0,9999	I,0054	I,0108	I,0162	I,0216	I,0272	I,0326	I,0353	I,0407	I,0462
1	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	I,0021	I,0074	I,0128	I,0183	I,0209	I,0263	I,0316
3	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	I,0043	I,0069	I,0122	I,0175
J	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	I,0000	I,0053	I,0105
Z	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985	I,0036
1	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917	0,9968
3	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851	0,9902
J	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785	0,9836
J	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723	0,9772

I	II	2	III	3	IV	5	VI	7	VII	8	VIII	9	VII	10	VII	II	VII	12
+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			