МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуски с 1 по 5

МОСКВА ЦРИА «МОРФЛОТ»

1981

разработка правоохранительной документации

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуски с 1 по 5

МОСКВА ЦРИА «МОРФЛОТ»
1981

Методические указания на определение вредных веществ в воздухе. М., ЦРИА «Морфлот», 1981, 252 с.

Методические указания подготовлены сотрудниками лаборатории санитарно-химических методов исследования Института гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР.

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.

Редакционная коллегия: Г. С. Павловская и В. Г. Овечкин.

Ил. 21, табл. 128, прил. 3.

Методические указания на определение вредных веществ в воздухе

Отв. за выпуск Г. С. Павловская

Редактор Г. Г. Тимофеева

Технический редактор Л. П. Бушева

Корректоры О. Л. Лизина и Г. Е. Поталова

Л-53539. Сдано в набор 27/X-80 г. Подписано в печать 6/VI-81 г. Формат изд. 60×90/16. Бум. типограф. фин. Гарнитура литературная. Печать высокая. Печ. л. 15,75. Уч-изд. л. 23,21. Изд. № 741-Т. Заказ тип. № 2300. Тираж 3000. Цена 3 руб. 48 коп.

Центральное рекламно-информационное агентство ММФ (ЦРИА «Морфлот»).

Типография «Моряк», Одесса, ул. Ленина, 26

© Центральное рекламно-информационное агентство ММФ (ЦРИА «Морфлот»), 1981 г.

УТВЕРЖДАЮ.
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР А. И. ЗАИЧЕНКО
18 апреля 1977 г.
№ 1703—77

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ НА КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХЛОРИСТОГО БЕНЗИЛА В ВОЗДУХЕ

I. Общая часть

1. Определение основано на образовании окрашенного продукта реакции при взаимодействии хлористого бензила с хинолином.

2. Предел обнаружения 2 мкг в анализируемом объеме раствора.

3. Предел обнаружения в воздухе 0,25 мг/м^3 (расчетная).

4. Мешающее влияние хлора устраняется при отборе проб воздуха.

5. Предельно допустимая концентрация хлористого бензила в воздухе 0,5 мг/м^3.

II. Реактивы и аппаратура

6. Применяемые реактивы и растворы.

Хлористый бензил, температура кипения 179,4°С.

Стандартный раствор № 1: в мерную колбу вместимостью 10 мл вносят 5 мл хинолина и взвешивают. Добавляют 1—2 капли хлористого бензила и снова взвешивают. Содержимое колбы доводят до метки хинолином. По разности между второй и первой массой определяют навеску хлористого бензила и вычисляют содержание его в 1 мл раствора.

Стандартный раствор № 2 с содержанием 10 мкг/мл хлористого бензила готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 хинолином. Раствор пригоден к употреблению в течение дня.

Хинолин, МРТУ 6-09-6238—69, бесцветный, дважды перегнанный. Хинолин сушат карбонатом калия в течение 1 ч (на 200 г хинолина берут 10 г карбоната калия). Хранят в склянке из темного стекла с притертой пробкой, сохраняется в течение 2 мес.

Калий углекислый, ГОСТ 4221—65.

Вата, ГОСТ 5556—50, пропитанная 10%-ным раствором йодистого калия и высушенная при температуре не выше 100°С. Сохраняют в склянках с притертыми пробками.

Вата, пропитанная 10%-ным раствором серноватистокислого натрия.

Серная кислота, ГОСТ 4204—66, концентрированная.

Натрий серноватистокислый, ГОСТ 4215—66, 10%-ный раствор.

Натрий сернокислый, ГОСТ 4171—66.

7. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство.

Микропоглотительные приборы Полежаева (см. рис. 12).

Пробирк колориметрические, круглодонные с притертыми проб... из бесцветного стекла, высотой 120 мм, внутренним диаметром 15 мм.

Колбы мерные, ГОСТ 1770—74, вместимостью 10 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292—74, вместимостью 1, 2, 5 мл с делениями на 0,0... и 0,1 мл.

Термометр на 100—300°.

Баня сернокислотная.

Прибор для перегонки.

III. Отбор пробы воздуха

8. Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через 2 микропоглотительных прибора с 3 мл хинолина в каждом. Для определения $^1/_2$ ПДК необходимо отобрать 12 л воздуха. Если в воздухе находится хлор, то перед микропоглотительными приборами помещают стеклянную трубку длиной 100 мм с внутренним диаметром 6 мм, наполненную ватой, пропитанной 10%-ным раствором йодистого калия и 10%-ным раствором серноватистокислого натрия.

IV. Описание определения

9. Из каждого поглотительного прибора 2 мл пробы вносят в колориметрические пробирки. Пробирки помещают на 3 мин в сернокислотную баню с температурой 238°С (к 100 мл концентрированной серной кислоты добавляют 50 г сернокислого натрия). По охлаждении сравнивают интенсивность окраски проб со шкалой стандартов. Шкалу стандартов готовят согласно табл. 107.

Таблица 107

Шкала стандартов

№ стандарта	Стандартный раствор № 2, мл	Хинолин, мл	Содержание хлористого бензила, мкг
1	0	2,0	0
2	0,2	1,8	2
3	0,4	1,6	4
4	0,6	1,4	6
5	0,8	1,2	8
6	1,0	1,0	10

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам.

Концентрацию хлористого бензила в мг/м³ воздуха X вычисляют по формуле:

$$X = \frac{GV_1}{VV_{20}},$$

где G — количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V_1 — общий объем пробы, мл;

V — объем пробы, взятый для анализа, мл;

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

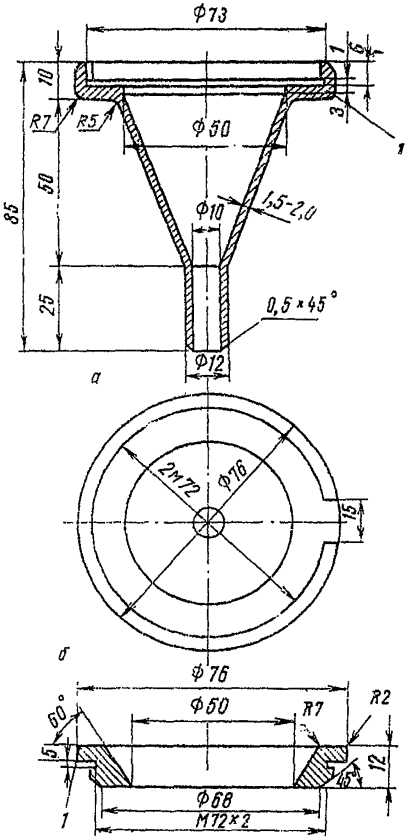

Рис. 1. Аллонж открытый (патрон для фильтра):
а — корпус; *б* — гайка; *1* — накатка

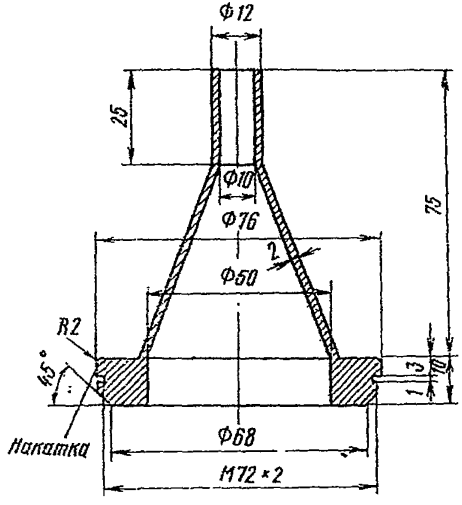

Рис. 2. Крышка закрытого аллонжа

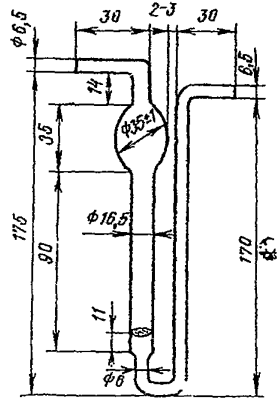

Рис. 3. Поглотительный прибор с пористой пластинкой

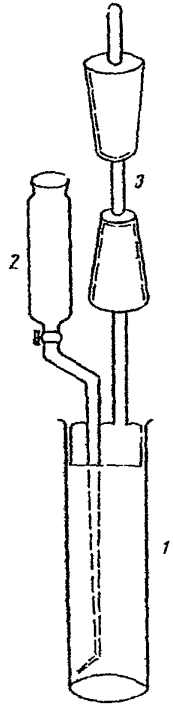

Рис. 4. Прибор для получения мышьяковистого водорода:
1 — пробирка с пришлифованной пробкой;
2 — делительная воронка;
3 — индикаторная трубка Бальской

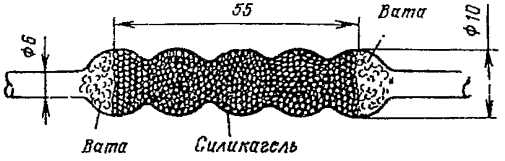

Рис. 5. Трубка стеклянная гофрированная

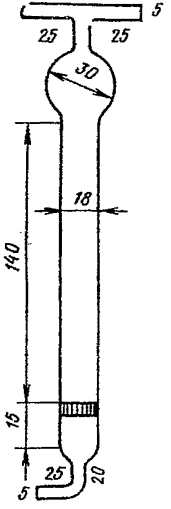

Рис. 6. Поглотительный прибор Яворовской

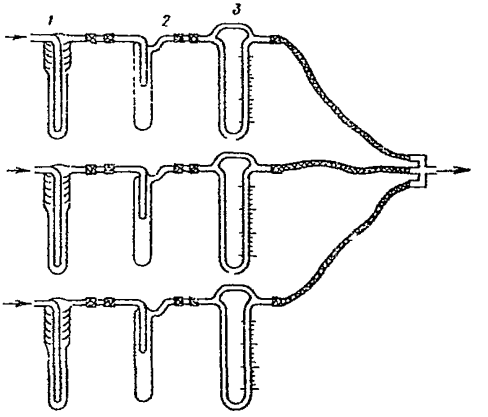

Рис. 7. Схема отбора проб воздуха на тетраэтилсвинец

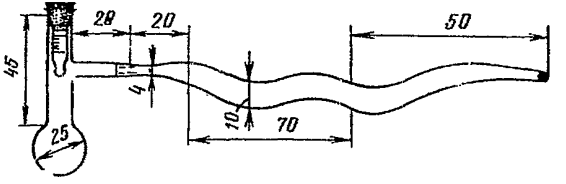

Рис. 8. Микроприбор для перегонки трихлорсилана

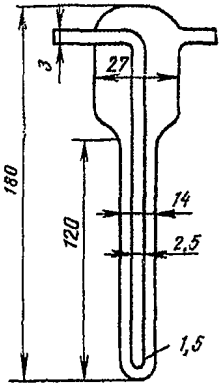

Рис. 9. Поглотительный прибор Зайцева

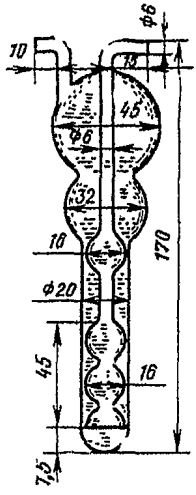

Рис. 10. Поглотительный прибор Рихтера

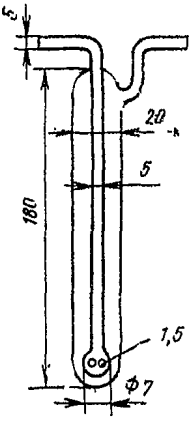

Рис. 11. Поглотительный прибор Петри

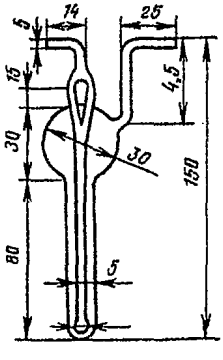

Рис. 12. Поглотительный прибор Полежаева

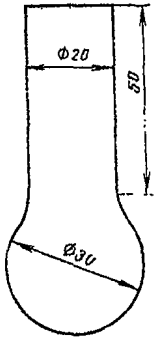

Рис. 13. Колба из тугоплавкого стекла

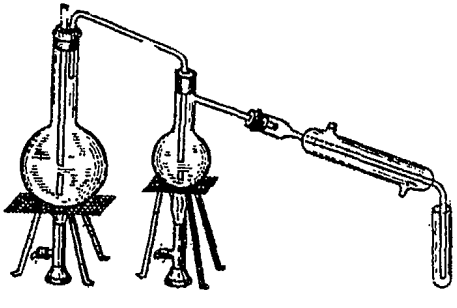

Рис. 14. Прибор для перегонки с водяным паром

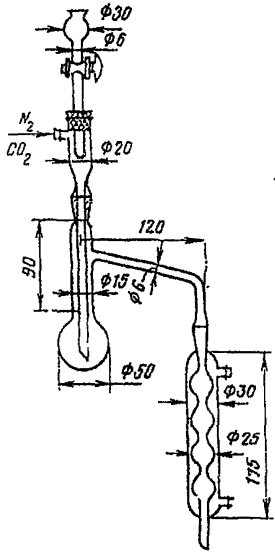

Рис. 15. Прибор для дистилляции

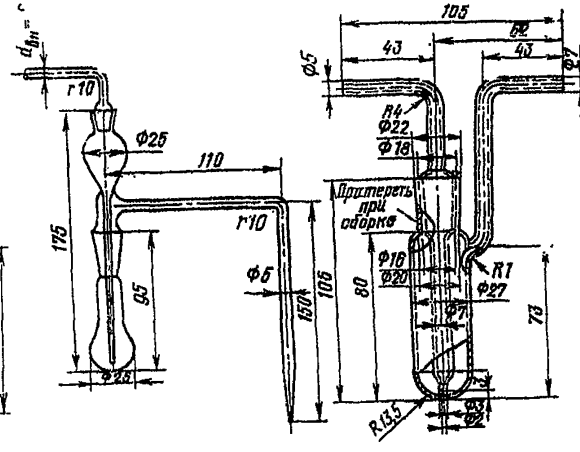

Рис 16. Приборы для разрушения хлорорганических ядохимикатов

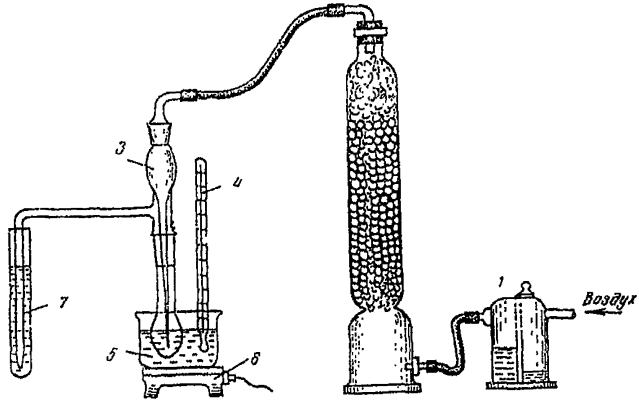

Рис. 17. Установка для определения хлорорганических инсектицидов:
1 — склянка Тищенко с серной кислотой; *2* — поглотитель с натронной известью; *3* — прибор для разрушения хлорорганических инсектицидов; *4* — термометр; *5* — парафиновая баня; *6* — электрическая плитка; *7* — пробирка-приемник

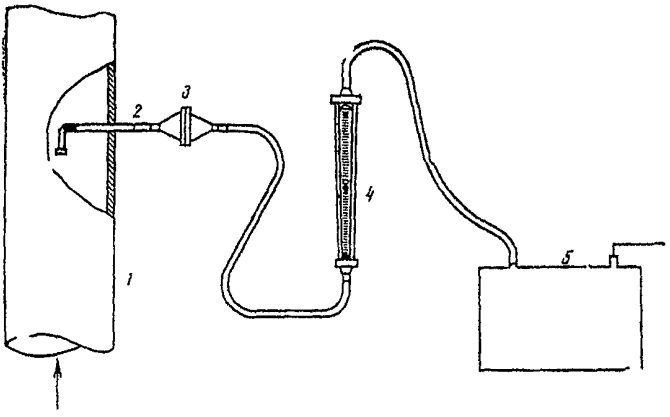

Рис. 18. Схема отбора проб пыли методом внешней фильтрации:
1 — воздуховод; *2* — пылеотборная трубка; *3* — аллонж с фильтром; *4* — ротаметр; *5* — аспиратор

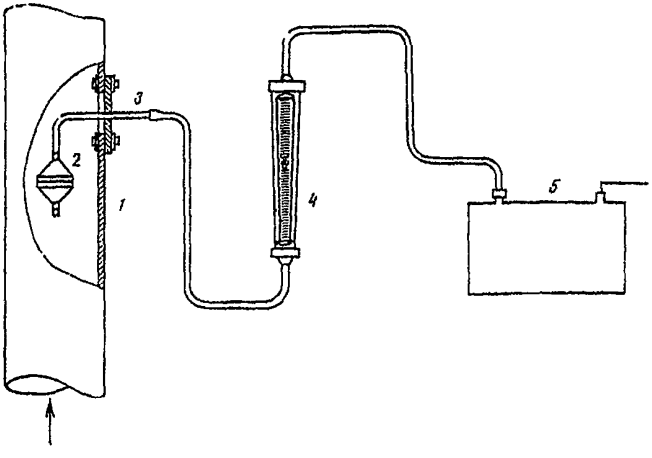

Рис. 19. Схема отбора проб пыли методом внутренней фильтрации:
1 — воздуховод; *2* — аллонж с фильтром; *3* — металлическая трубка; *4* — ротаметр; *5* — аспиратор

Расчет концентрации вредного вещества в воздухе

В соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005—76 объем воздуха, аспирированного при отборе проб, приводят к стандартным условиям: температуре 20°С и барометрическому давлению 101,33 кПа (760 мм рт. ст.) по формуле:

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

где V_t — объем воздуха, измеренный при t°С и давлении 101,33 кПа.

Для упрощения расчетов пользуются коэффициентами K (приложение 3), вычисленными для температур в пределах от 6 до 40°С и давлений от 97,33 до 104,0 кПа (730—780 мм рт. ст.).

В сборниках ТУ, некоторых МУ и во многих практических руководствах по санитарной химии в составе приложений имеются таблицы коэффициентов пересчета объема воздуха к нормальным условиям (0°С и 101,33 кПа).

Численные значения коэффициентов в этих таблицах приведены с точностью до четвертого знака для температур от 5 до 40°С с интервалом в 1° и давлений от 730 до 780 мм рт. ст. с интервалом в 2 мм рт. ст.

Однако нет практической надобности в столь многозначных и слишком подробных таблицах, так как максимальная погрешность четырехзначных коэффициентов составляет всего лишь ±0,006%. Согласно ГОСТ 12.1.005—76 погрешность измерения объема воздуха не должна превышать ±10%, поэтому точность коэффициентов пересчета на уровне ±1% следует считать вполне достаточной.

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

Коэффициенты K для приведения объема воздуха к стандартным условиям

t°С	Давление P, кПа/мм рт. ст.					
	97,33/730	98,66/740	100/750	101,33/760	102,7/770	104/780
6	1,009	1,023	1,036	1,050	1,064	1,078
8	1,002	1,015	1,029	1,043	1;560	1,070
10	0,994	1,008	1,022	1,035	1,049	1,063
12	0,987	1,001	1,015	1,028	1,042	1,055
14	0,981	0,994	1,007	1,021	1,034	1,048
16	0,974	0,987	1,001	1,014	1,027	1,040
18	0,967	0,980	0,994	1,007	1,020	1,033
20	0,961	0,974	0,987	1,000	1,013	1,026
22	0,954	0,967	0,980	0,993	1,006	1,019
24	0,948	0,961	0,974	0,987	1,000	1,012
26	0,941	0,954	0,967	0,980	0,993	1,006
28	0,935	0,948	0,961	0,973	0,986	0,999
30	0,929	0,942	0,954	0,967	0,980	0,992
32	0,923	0,935	0,948	0,961	0,973	0,986
34	0,917	0,929	0,942	0,954	0,967	0,979
36	0,911	0,923	0,936	0,948	0,961	0,973
38	0,905	0,917	0,930	0,942	0,955	0,967
40	0,899	0,911	0,924	0,936	0,948	0,961

ΔP	1	2	3	4	5	6	7	8	9
ΔK	1	3	4	5	7	8	9	10	12

Искомый коэффициент K, пользуясь упрощенной таблицей, находят в соответствии со следующей схемой:

$$K = K_{табл} + \Delta K_t + \Delta K_p,$$

где ΔK_t — поправка на температуру;
ΔK_p — поправка на давление.

1. Численное значение давления P, путем исключения единиц, округляют до целого числа, кратного десяти ($P_{табл}$)

$$P = P_{табл} + \Delta P.$$

2. В графе P находят коэффициент, соответствующий заданной температуре. Если цифра °С нечетная, то выписывают значение коэффициента при температуре $t+1$ (ближайшее снизу число) и увеличивают его третий знак на 3 единицы (т. е. прибавляют 0,003).

3. Поправку на ΔP определяют по таблице пропорциональных частей, приведенной (снизу) основной таблицы.

Примеры. Требуется определить коэффициент K для следующих параметров окружающей среды:

№ п/п	t°С	$P_{мм\ рт.ст.}$	$P_{табл} + \Delta P$	$K_{табл} + \Delta K_t$	ΔK_p	K
1	18	750	750+0	0,994+0	0,000	0,994
2	5	788	780+8	1,078+0,003	0,010	1,091
3	23	743	740+3	0,961+0,003	0,004	0,968
4	29	732	730+2	0,929+0,003	0,003	0,935
5	22	781	780+1	1,019+0	0,001	1,020

В первом примере значение искомого коэффициента берется непосредственно из таблицы. В тех случаях, когда цифра t°С нечетна (примеры 2, 3 и 4), выписывают $K_{табл}$, соответствующий $P_{табл}$ и температуре $(t+1)$°С и прибавляют к нему 0,003.

Поправку на излишек единиц ΔP определяют по вспомогательной таблице (их значения вписаны в графу ΔK_p).

Величину коэффициента K определяют как сумму поправок на температуру и давление и $K_{табл}$ (графа K).

В примере 5 ввиду четности цифры t°С поправка на температуру отсутствует.

СОДЕРЖАНИЕ

Методические указания на фотометрическое определение алюминия, окиси алюминия и алюмоникелевого катализатора в воздухе . 3
Методические указания на газохроматографическое определение бериллия в воздухе 5
Методические указания на фотометрическое определение ванадия и его соединений в воздухе 7
Методические указания на фотометрическое определение вольфрама, вольфрамового ангидрида и карбида вольфрама в воздухе 9
Методические указания на колориметрическое определение германия и его соединений в воздухе 11
Методические указания на фотометрическое определение кобальта и его соединений в воздухе 14
Методические указания на фотометрическое определение соединений марганца в воздухе 16
Методические указания на фотометрическое определение меди в воздухе 18
Методические указания на фотометрическое определение молибдена и его соединений в воздухе 20
Методические указания на фотометрическое определение мышьяковистого водорода в воздухе 22
Методические указания на фотометрическое определение мышьяковистого ангидрида и других соединений трехвалентного мышьяка в воздухе 24
Методические указания на колориметрическое определение паров ртути в воздухе 26
Методические указания на фотометрическое определение водорастворимых соединений никеля в воздухе 28
Методические указания на фотометрическое и полярографическое определение селена и селенистого ангидрида в воздухе 30
Методические указания на фотометрическое определение тантала и его соединений в воздухе 32
Методические указания на фотометрическое определение титана и его соединений в воздухе 35
Методические указания на фотометрическое определение тетраэтилсвинца в воздухе 38
Методические указания на фотометрическое определение тория и его соединений в воздухе 40
Методические указания на фотометрическое определение трихлорфенолята меди в воздухе 42
Методические указания на фотометрическое определение трихлорсилана в воздухе 44
Методические указания на фотометрическое определение фосфорного ангидрида в воздухе 46
Методические указания на фотометрическое определение фосфористого водорода в воздухе 47
Методические указания на фотометрическое определение хромового ангидрида и солей хромовой кислоты в воздухе 50
Методические указания на фотометрическое определение цинка и его соединений в воздухе 51
Методические указания на фотометрическое определение циклопентадиенилтрикарбонил марганца в воздухе 54

Методические указания на фотометрическое определение циркония и его соединений в воздухе 56
Методические указания на фотометрическое определение аммиака в воздухе 58
Методические указания на фотометрическое определение двуокиси азота в воздухе 60
Методические указания на фотометрическое определение озона в воздухе 62
Методические указания на хроматографическое определение окиси углерода в воздухе 64
Методические указания на хроматографическое определение окиси углерода с предварительной конверсией ее в метан 66
Методические указания на турбидиметрическое определение аэрозоля серной кислоты в воздухе 69
Методические указания на определение сернистого ангидрида в воздухе 70
Методические указания на фотометрическое определение сероводорода в воздухе 74
Методические указания на фотометрическое определение хлора в воздухе (1-й метод) 76
Методические указания на фотометрическое определение хлора в воздухе (2-й метод) 77
Методические указания на фотометрическое определение брома в воздухе 79
Методические указания на фотометрическое определение йода в воздухе 81
Методические указания на фотометрическое определение хлористого водорода в воздухе 83
Методические указания на фотометрическое определение цианистого водорода в воздухе 84
Методические указания на фотометрическое определения анилина в воздухе 86
Методические указания на фотометрическое определение ацетона в воздухе 88
Методические указания на колориметрическое определение ацетофенона в воздухе 90
Методические указания на раздельное фотометрическое определение бензола, толуола и изомеров ксилола в воздухе 91
Методические указания на фотометрическое определение бензотрихлорида в воздухе 98
Методические указания на фотометрическое определение 1,4-бензохинона в воздухе 100
Методические указания на определение хлористого бензилидена в воздухе 101
Методические указания на фотометрическое определение гексаметилендиизоцианата в воздухе 103
Методические указания на фотометрическое определение гексогена в воздухе 104
Методические указания на колориметрическое определение гексаметилендиамина в воздухе 106
Методические указания на фотометрическое определение гидразина в воздухе 108
Методические указания на суммарное колориметрическое определение кетена и кетена в воздухе 110
Методические указания на фотометрическое определение диметилбензиламина в воздухе 111
Методические указания на колориметрическое определение диметиламина в воздухе 113
Методические указания на фотометрическое определение динитрородан-нзола в воздухе 115
Методические указания на фотометрическое определение динитробензола и динитротолуола в воздухе 116

Методические указания на фотометрическое определение динитроортокрезола в воздухе 118
Методические указания на фотометрическое определение дифенилолпропана в воздухе 120
Методические указания на фотометрическое определение дициклопентадиена в воздухе 122
Методические указания на фотометрическое определение диэтиламина в воздухе 123
Методические указания на фотометрическое определение изопропилбензола в воздухе 125
Методические указания на колориметрическое определение изопропилнитрата в воздухе 127
Методические указания на фотометрическое определение камфоры в воздухе 129
Методические указания на колориметрическое определение капролактама в воздухе 130
Методические указания на фотометрическое определение ксилидина в воздухе 132
Методические указания на фотометрическое определение масляного ангидрида в воздухе 134
Методические указания на фотометрическое определение метилового спирта в воздухе 136
Методические указания на фотометрическое определение метилового эфира акриловой кислоты в воздухе 138
Методические указания на фотометрическое определение метилэтилкетона в воздухе 139
Методические указания на колориметрическое определение метилпропилкетона и метилгексилкетона в воздухе 141
Методические указания на фотометрическое определение α-нафтохинона в воздухе 142
Методические указания на фотометрическое определение нитрофенолов в воздухе 144
Методические указания на фотометрическое определение *П*-нитроанизола в воздухе 145
Методические указания на полярографическое определение нитроциклогексана в воздухе 147
Методические указания на фотометрическое определение нитроциклогексана в воздухе 149
Методические указания на фотометрическое определение окиси этилена в воздухе 150
Методические указания на фотометрическое определение суммы одноосновных карбоновых кислот группы C_1—C_9 в воздухе производственных помещений 153
Методические указания на фотометрическое определение в воздухе органических оснований: пиридина, α- и β-пиколинов 155
Методические указания на фотометрическое определение пропаргилового спирта в воздухе 158
Методические указания на фотометрическое определение содержания паров сероуглерода в воздухе 160
Методические указания на фотометрическое определение сильвана (2-метилфурана) в воздухе 162
Методические указания на фотометрическое определение скипидара в воздухе 164
Методические указания на колориметрическое определение сложных эфиров одноосновных органических кислот в воздухе 165
Методические указания на колориметрическое определение тетрагидрофурана в воздухе 167
Методические указания на фотометрическое определение триметилолпропана (этриола) в воздухе 169

Методические указания на фотометрическое определение триэтоксисил[а] и этилового эфира ортокремневой кислоты (тетраэтоксисилана) в воз[духе] . . . 170
Методические указания на фотометрическое определение тринитротолу[ола] в воздухе . . . 172
Методические указания на фотометрическое определение толуидинов (с[месь] изомеров) в воздухе . . . 174
Методические указания на фотометрическое определение толуилендиизо[цианата] в воздухе . . . 176
Методические указания на полярографическое определение формальде[гида] в воздухе . . . 179
Методические указания на фотометрическое определение фосгена в воз[духе] . . . 183
Методические указания на фотометрическое определение фенилгидрази[на] в воздухе . . . 185
Методические указания на фотометрическое определение фторорганиче[ских] соединений в воздухе . . . 187
Методические указания на определение фурфурола в воздухе 189
Методические указания на колориметрическое определение хлорпелар[гоновой] кислоты в воздухе . . . 192
Методические указания на фотометрическое определение хлористого ме[тилена] в воздухе . . . 194
Методические указания на колориметрическое определение хлористого б[ензила] в воздухе . . . 196
Методические указания на раздельное фотометрическое определение ц[иклогексанона] и циклогексаноноксима в воздухе . . . 198
Методические указания на фотометрическое определение четыреххлорис[того] углерода в воздухе . . . 200
Методические указания на фотометрическое определение эпихлоргидри[на] в воздухе (1-й метод) . . . 202
Методические указания на фотометрическое определение эпихлоргидри[на] в воздухе (2-й метод) . . . 203
Методические указания на фотометрическое определение экстралина и м[онометиланилина] в воздухе . . . 205
Методические указания на колориметрическое определение этилендиа[мина] в воздухе . . . 207
Методические указания на фотометрическое определение этиленхлор[гидрина] в воздухе (1-й метод) . . . 209
Методические указания на фотометрическое определение этиленхлор[гидрина] в воздухе (2-й метод) . . . 211
Методические указания на фотометрическое определение аммониевой с[оли] 2,4-дихлорфеноксиуксусной кислоты (2,4-Д) в воздухе . . . 213
Методические указания на газохроматографическое определение мета[фоса], тиофоса, трихлорметафоса-3, формотиона, фосфамида в воздухе 215
Методические указания на фотометрическое определение мышьяксодер[жащих инсектицидов в воздухе . . . 217
Методические указания на фотометрическое определение никотина и [анабазина в воздухе . . . 219
Методические указания на фотометрическое определение сульфамата [в воздухе . . . 222
Методические указания на фотометрическое определение инсектофун[гицидов тиофоса, метафоса и метилэтилтиофоса в воздухе . . . 223
Методические указания на фотометрическое определение фосфорорга[нических инсектицидов в воздухе . . . 226
Методические указания на титрометрическое, фотометрическое и хром[атографическое определение хлорорганических ядохимикатов в воздухе . . 228
Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воз[духе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок . . . 235
Приложение 1 . . . 242
Приложение 2 . . . 248
Приложение 3 . . . —