

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

Выпуски с 1 по 5

МОСКВА ЦРИА «МОРФЛОГ»

1981

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. З.

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. Потапова

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

У Т В Е Р Ж Д АЮ.
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР А. И. ЗАЙЧЕНКО
18 апреля 1977 г.
№ 1666—77

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ
ДИЦИКЛОПЕНТАДИЕНА В ВОЗДУХЕ

I. Общая часть

1. Определение основано на реакции конденсации дициклопентадиена с *n*-диметиламинобензальдегидом.
2. Предел обнаружения 5 мкг дициклопентадиена в анализируемом объеме раствора.
3. Предел обнаружения в воздухе 0,4 мг/м³ (расчетная).
4. Тетрагидрофуран, изопентан, бензин, этилен и пропилен до 2 мг в пробе не мешают определению; циклопентадиен и изопрен мешают определению.
5. Предельно допустимая концентрация дициклопентадиена в воздухе 1 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

6. Применяемые реактивы и растворы.

Дициклопентадиен, МРТУ 6-09-3725—67, температура кипения 170°.

Стандартный раствор № 1: в мерную колбу ёмкостью 25 мл вносят 10 мл этилового спирта, взвешивают, добавляют 1—2 капли дициклопентадиена и вторично взвешивают. Доводят объем до метки этиловым спиртом и рассчитывают количество дициклопентадиена в 1 мл.

Стандартный раствор № 2, содержащий 1000 мкг/мл, готовят соответствующим разбавлением спиртом раствора № 1.

Серная кислота, ГОСТ 4204—66, разбавленная 3 : 2.

Этиловый спирт, ГОСТ 5963—67.

n-Диметиламинобензальдегид, МРТУ 6-09-634—63, 1%-ный раствор в серной кислоте (3 : 2), свежеприготовленный.

7. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство.

Приборы поглотительные с пористой пластинкой № 2 (см. рис. 3).

Приборы поглотительные Зайцева (см. рис. 9).

Пробирки колориметрические плоскодонные, из бесцветного стекла, высотой 120 мм, внутренним диаметром 16 мм.

Пипетки, ГОСТ 20292—74, вместимостью 1,5 и 10 мл с делениями 0,01 и 0,1 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770—74, вместимостью 25 и 50 мл.

Баня водяная.

Фотоэлектроколориметр.

III. Отбор пробы воздуха

8. Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через поглотительный прибор с пористой пластинкой и поглотительный прибор Зайцева, соединенных последовательно, содержащий по 5 мл серной кислоты 3 : 2. Для определения $\frac{1}{2}$ ПДК следует отобрать 20 л воздуха.

IV. Описание определения

9. Из каждого поглотительного прибора берут по 3 мл раствора в колориметрические пробирки, прибавляют по 0,1 мл этилового спирта и 0,1 мл 1%-ного раствора *n*-диметиламинобензальдегида, перемешивают и нагревают в течение 10 мин на кипящей водяной бане. По охлаждении измеряют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре в кювете с толщиной слоя 5 мм.

—и длине волны 450—480 нм (синий светофильтр) по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Содержание дициклопентадиена в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному калибровочному графику. Для построения калибровочного графика готовят шкалу стандартов согласно табл. 63.

Таблица 63

Шкала стандартов

№ стандарта	Стандартный раствор № 2, мл	Этиловый спирт, мл	Серная кислота, 3 : 2, мл	Содержание дициклопентадиена, мкг
1	0	0,1	3,0	0
2	0,005	0,095	3,0	5,0
3	0,01	0,09	3,0	10,0
4	0,02	0,08	3,0	20,0
5	0,04	0,06	3,0	40,0
6	0,06	0,04	3,0	60,0
7	0,08	0,02	3,0	80,0
8	0,1	0	3,0	100,0

Все пробирки шкалы обрабатывают аналогично пробам, измеряют оптическую плотность и строят график. Шкалой стандартов можно пользоваться для визуального определения, ее готовят в колориметрических пробирках одновременно с пробами.

Концентрацию дициклопентадиена в мг/м³ воздуха X вычисляют по формуле:

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

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

V_1 — общий объем пробы, мл;

V — объем пробы, взятый для анализа, мл;

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

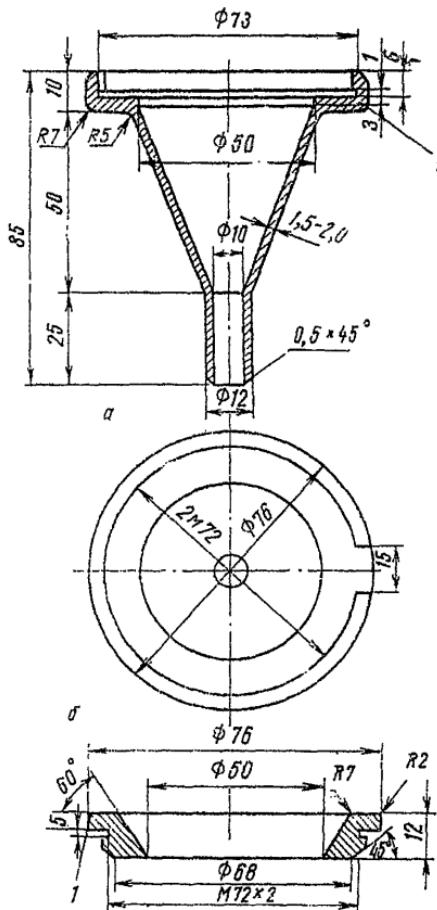


Рис. 1. Аллонж открытый (патрон для фильтра):
а — корпус; *б* — гайка; *1* — накатка

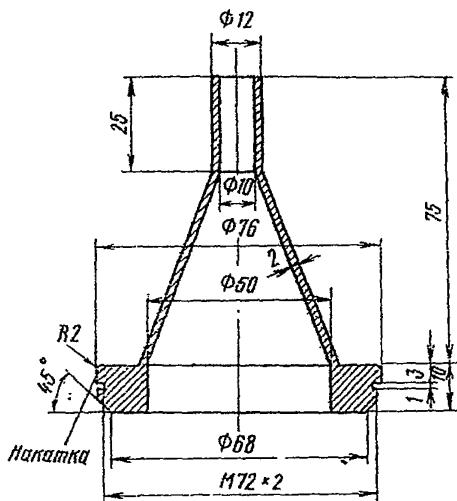


Рис. 2. Крышка закрытого аллюнжа

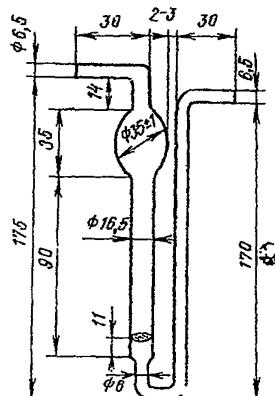


Рис. 3. Поглотительный прибор с пористой пластинкой

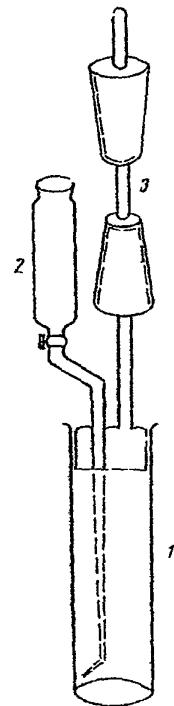


Рис. 4. Прибор для получения мышьяковистого водорода:
 1 — пробирка с пришлифованной пробкой;
 2 — делительная воронка;
 3 — индикаторная трубка
 Бальской

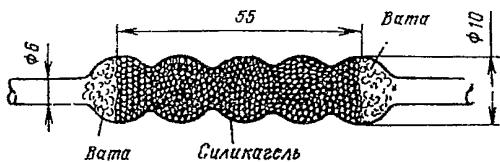


Рис. 5. Трубка стеклянная гофрированная

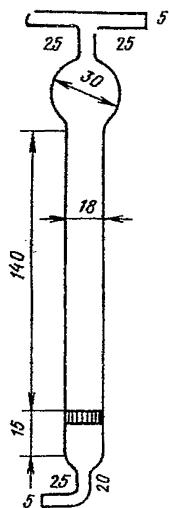


Рис. 6. Погло-
тительный при-
бор Яворовской

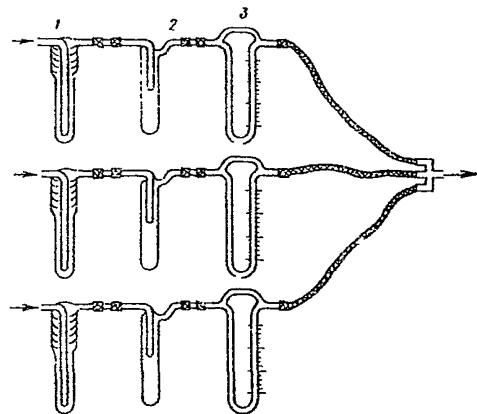


Рис. 7. Схема отбора проб воздуха
на тетраэтилсвинец

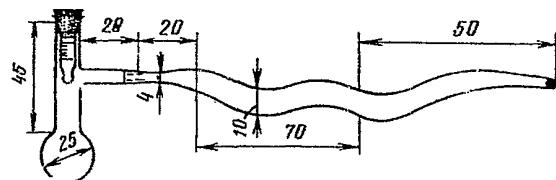


Рис. 8. Микроприбор для перегонки трихлорсилана

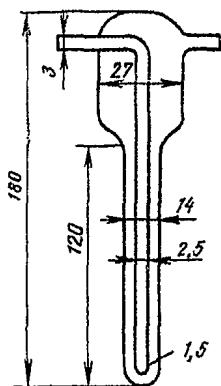


Рис. 9. Поглотительный прибор Зайцева

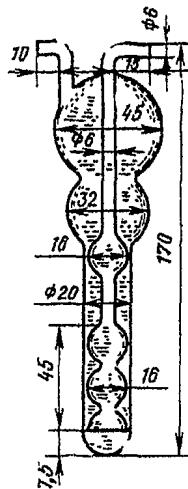


Рис. 10. Поглотительный прибор Рихтера

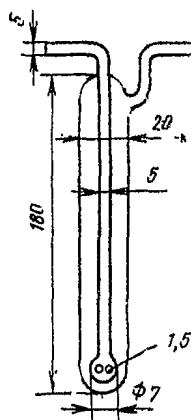


Рис. 11. Поглотительный прибор Петри

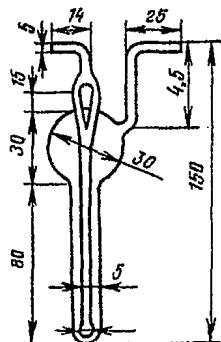


Рис. 12. Поглотительный прибор Полежаева

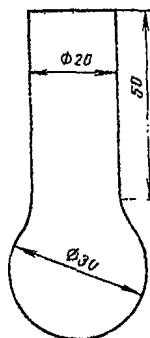


Рис. 13. Колба из тугоплавкого стекла

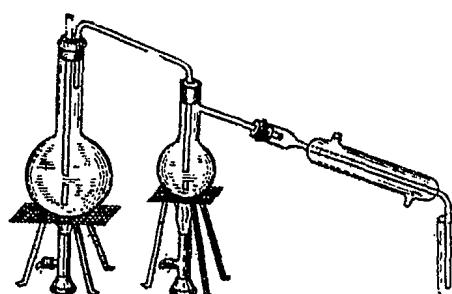


Рис. 14. Прибор для перегонки с водяным паром

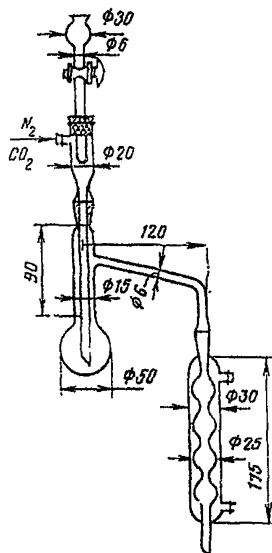


Рис. 15. Прибор для дистилляции

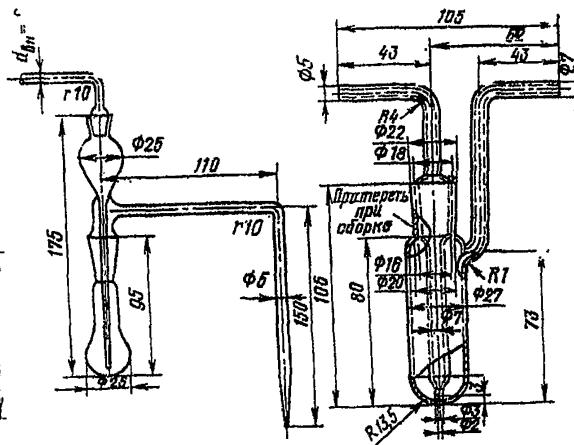


Рис. 16. Приборы для разрушения хлорорганических ядохимикатов

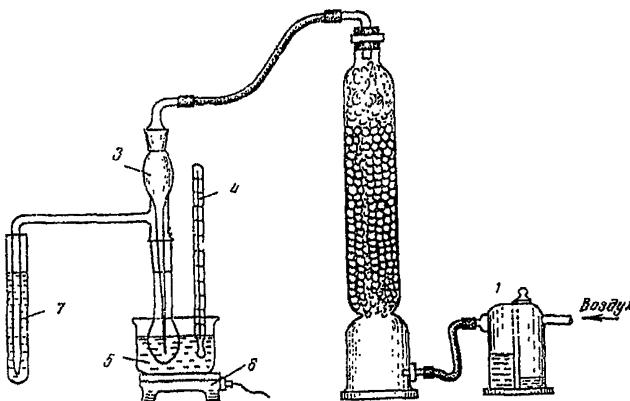


Рис. 17. Установка для определения хлорорганических инсектицидов:

1 — склянка Тищенко с серной кислотой; 2 — плотитель с натронной известью; 3 — прибор для разрушения хлорорганических инсектицидов; 4 — термометр; 5 — парафиновая баня; 6 — электрическая плита; 7 — пробирка-приемник

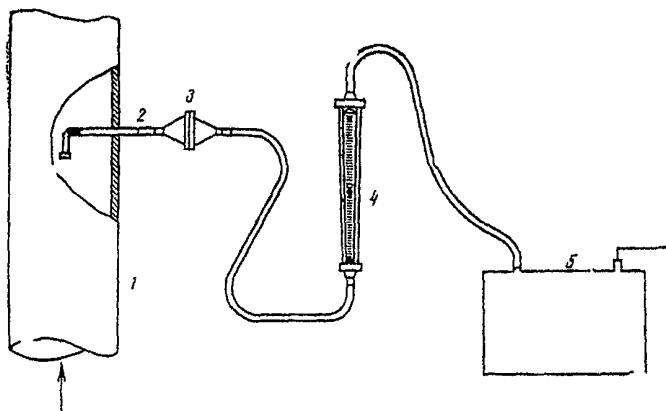


Рис. 18. Схема отбора проб пыли методом внешней фильтрации:
 1 — воздуховод; 2 — пылеотборная трубка; 3 — аллонж с фильтром; 4 — ротаметр; 5 — аспиратор

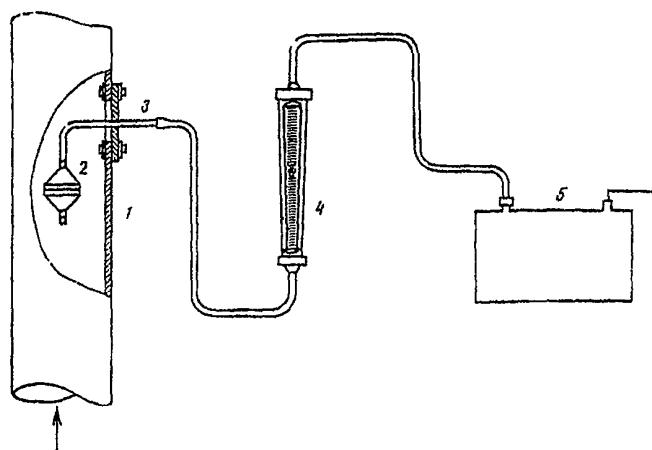


Рис. 19. Схема отбора проб пыли методом внутренней фильтрации:
 1 — воздуховод; 2 — аллонж с фильтром; 3 — металлическая трубка; 4 — ротаметр; 5 — аспиратор

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°C и барометрическому давлению 101,33 кПа (760 мм рт. ст.) по формуле:

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

где V_t — объем воздуха, измеренный при $t^{\circ}\text{C}$ и давлении 101,33 кПа.

Для упрощения расчетов пользуются коэффициентами K (приложение 3), вычисленными для температур в пределах от 6 до 40°C 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°C и 101,33 кПа).

Численные значения коэффициентов в этих таблицах приведены с точностью до четвертого знака для температур от 5 до 40°C 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 столе многозначных и слишком подробных таблицах, так как максимальная погрешность четырехзначных коэффициентов составляет всего лишь $\pm 0,006\%$. Согласно ГОСТ 12.1.005—76 погрешность измерения объема воздуха не должна превышать $\pm 10\%$, поэтому точность коэффициентов пересчета на уровне $\pm 1\%$ следует считать вполне достаточной.

Коэффициенты K для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°C	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	1,0560	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:

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

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 ($P_{\text{табл}}$)

$$P = P_{\text{табл}} + \Delta P.$$

2. В графе P находят коэффициент, соответствующий заданной температуре. Если цифра ${}^{\circ}\text{C}$ 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.

При м е р ы. Требуется определить коэффициент K для следующих параметров окружающей среды:

№ п/п	$t^{\circ}\text{C}$	$P_{\text{мм рт.ст.}}$	$P_{\text{табл}} + \Delta P$	$K_{\text{табл}} + \Delta K_t$	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 $t^{\circ}\text{C}$ нечетна (примеры 2, 3 и 4), выписывают $K_{\text{табл}}$, соответствующий $P_{\text{табл}}$ и температуре $(t+1)^{\circ}\text{C}$ 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 $K_{\text{табл}}$ (графа K).

В примере 5 ввиду четности цифры $t^{\circ}\text{C}$ 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 tantalа 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 трихлорфенолят меди в воздухе	42
Методические указания на фотометрическое определение трихлорсила на 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 сединений в воздухе	56
Методические указания на фотометрическое определение аммиака в воздухе	58
Методические указания на фотометрическое определение двуокиси азо- ва в воздухе	60
Методические указания на фотометрическое определение озона в воз- духе	62
Методические указания на хроматографическое определение окиси угле- вода в воздухе	64
Методические указания на хроматографическое определение окиси угле- вода с предварительной конверсией ее в метан	66
Методические указания на турбидиметрическое определение аэрозоля серной кислоты в воздухе	68
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 воз- духе (1-й метод)	76
Методические указания на фотометрическое определение хлора в воз- духе (2-й метод)	77
Методические указания на фотометрическое определение брома в воз- духе	79
Методические указания на фотометрическое определение йода в воз- духе	81
Методические указания на фотометрическое определение хлористого во- дорода в воздухе	83
Методические указания на фотометрическое определение цианистого водорода в воздухе	84
Методические указания на фотометрическое определение анилина в воз- духе	86
Методические указания на фотометрическое определение ацетона в воз- духе	88
Методические указания на колориметрическое определение ацетофено- на в воздухе	90
Методические указания на раздельное фотометрическое определение бен- зола, толуола и изомеров ксиолола в воздухе	91
Методические указания на фотометрическое определение бензотрихло- рида в воздухе	98
Методические указания на фотометрическое определение 1,4-бензохино- на в воздухе	100
Методические указания на определение хлористого бензилидена в воз- духе	101
Методические указания на фотометрическое определение гексамети- лдиизоцианата в воздухе	103
Методические указания на фотометрическое определение гексогена в воз- духе	104
Методические указания на колориметрическое определение гексамети- лдиамина в воздухе	106
Методические указания на фотометрическое определение гидразина в воз- духе	108
Методические указания на суммарное колориметрическое определение кетена и кетена в воздухе	110
Методические указания на фотометрическое определение диметилбензил- амина в воздухе	111
Методические указания на колориметрическое определение диметилами- на в воздухе	113
Методические указания на фотометрическое определение динитрородан- изола в воздухе	115
Методические указания на фотометрическое определение динитробен- зола и динитротолуола в воздухе	116

Методические указания на фотометрическое определение динитрооктакрезола в воздухе	118
Методические указания на фотометрическое определение дифенилпропана в воздухе	120
Методические указания на фотометрическое определение дициклогептадиена 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 антидрида 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 Π -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 одноводных 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 спильвана (2-метилфурана) в воздухе	162
Методические указания на фотометрическое определение скапидара 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 триэтооксисилана и этилового эфира ортокремневой кислоты (тетраэтооксисилана) в воздухе	170
Методические указания на фотометрическое определение триинитротолуола в воздухе	172
Методические указания на фотометрическое определение толуидинов (сама изомеров) в воздухе	174
Методические указания на фотометрическое определение толуилклендизотиазата в воздухе	176
Методические указания на полярографическое определение формальдегида в воздухе	179
Методические указания на фотометрическое определение фосгена в воздухе	183
Методические указания на фотометрическое определение фенилгидразина в воздухе	185
Методические указания на фотометрическое определение фторорганических соединений в воздухе	187
Методические указания на определение фурфурола в воздухе	189
Методические указания на колориметрическое определение хлорпеларновой кислоты в воздухе	192
Методические указания на фотометрическое определение хлористого магния в воздухе	194
Методические указания на колориметрическое определение хлористого циклогексанона в воздухе	196
Методические указания на раздельное фотометрическое определение циклогексанона и циклогексаноноксима в воздухе	198
Методические указания на фотометрическое определение четыреххлористого углерода в воздухе	200
Методические указания на фотометрическое определение эпихлоргидрина в воздухе (1-й метод)	202
Методические указания на фотометрическое определение эпихлоргидрина в воздухе (2-й метод)	203
Методические указания на фотометрическое определение экстрагина и монометиланилина в воздухе	205
Методические указания на колориметрическое определение этилендиамина в воздухе	207
Методические указания на фотометрическое определение этиленхлоридрина в воздухе (1-й метод)	209
Методические указания на фотометрическое определение этиленхлоридрина в воздухе (2-й метод)	211
Методические указания на фотометрическое определение аммониевой соли 2,4-дихлорфеноксикискусной кислоты (2,4-Д) в воздухе	213
Методические указания на газохроматографическое определение метафоса, тиофоса, трихлорметафоса-3, формотиона, фосфамида в воздухе	215
Методические указания на фотометрическое определение мышьяксодержащих инсектицидов в воздухе	217
Методические указания на фотометрическое определение никотина и пабазина в воздухе	219
Методические указания на фотометрическое определение сульфамата в воздухе	222
Методические указания на фотометрическое определение инсектофунгицидов тиофоса, метафоса и метилэтантиоfosa в воздухе	223
Методические указания на фотометрическое определение фосфорорганических инсектицидов в воздухе	226
Методические указания на титрометрическое, фотометрическое и хроматографическое определение хлорорганических ядохимикатов в воздухе	228
Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах центрифугационных установок	235
Приложение 1	242
Приложение 2	248
Приложение 3	