

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

**по измерению концентраций
вредных веществ в воздухе
рабочей зоны**

(переработанные и дополненные техни-
ческие условия, **ВЫПУСКИ № 6-7**)

Москва, 1982 г.

Сборник методических указаний составлен на основе ранее опубликованных выпусков технических условий № 6-7. Включенные в сборник методики переработаны в соответствии с требованиями ГОСТ "а 12.1.005-76. Некоторые устаревшие методики заменены новыми.

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.

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

Редакционная коллегия: М.Д.Бабяна, С.И.Муравьева,
Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

Утверждаю

Заместитель Главного Государственного Санитарного
врача СССР

А.И.Золоченко

" 12 " апреля 1981 г.

№ 1573

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ДИХЛОРЕТАНА
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ.

$CH_2Cl_2 - CH_2Cl_2$

И-98,95

I. Характеристика метода.

Оц. давлене основано на омылен. дихлоретана спиртовым раствором едкого натра и определении выделявшегося иона хлора по цветной реакции с роданидом ртути.

Отбор проб проводится с концентрированием в этиловый спирт.

Предел измерения дихлоретана в анализируемом объеме пробы - 10 мкг.

Предел измерения дихлоретана в воздухе - 5 мкг/м^3 при отборе 5 л /.

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе $5-50 \text{ мкг/м}^3$.
Определению мешают другие галогидроорганические соединения, омыляющиеся в этих условиях.

Граница суммарной погрешности измерения дихлоретана в воздухе не превышает $\pm 25\%$.

Предельно допустимая концентрация дихлоретана в воздухе - 10 мкг/м^3 .

2. Реактивы и растворы.

Все реактивы должны быть проверены на отсутствие галогенов.

Дихлорэтан, ГОСТ 5840-51, чда, перегнанный.

Основной раствор дихлорэтана. В мерную колбу, емкость 25 мл, помещают 10 мл спирта, взвешивают на аналитических весах, вносят 3-4 капли дихлорэтана, снова взвешивают и доводят объем спиртом до метки. По разности между вторым и первым весом определяют навеску дихлорэтана и вычисляют его содержание в 1 мл раствора.

Стандартный раствор с содержанием 100 мкг/мл. Готовят путем соответствующего разбавления основного раствора спиртом.

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

Натр адкий, ГОСТ 4328-66, 5%-ный раствор в этиловом спирте. 5 г едкого натра растворяют в 10 мл деаэрированной воды и прибавляют 90 мл этилового спирта.

Кислота азотная, ГОСТ 4461-68, 10%-ный раствор.

Ртуть азотнокислая, (II), ГОСТ 4520-68.

Калий роданистый, ГОСТ 4139-65.

Железосаммиачные квасцы, ГОСТ 4205-68, 30 г железосаммиачных квасцов вносят в склянку, приливают 100 мл этилового спирта, встряхивают в течение 3-4 минут при слабом нагревании или оставляют до полного растворения на сутки.

Ртуть роданистая. Готовят следующим образом: 20 г азотнокислой ртути (II) растворяют в 100 мл воды и подкисляют несколькими каплями азотной кислоты до мутноватости раствора. В 20 мл воды растворяют 13 г роданида калия и добавляют по каплям переносом в раствор азотнокислой ртути. Образуется

вязкий осадок отфильтровывают на воронке Бюхнера под вакуумом, промывают до отрицательной реакции на роданид-ионы и высушивают в эксикаторе над фосфорной кислотой.

3. Приборы и посуда.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

Аспирационное устройство.

Поглотительные сосуды с пористой пластинкой или Зайцева.

Пробирки колориметрические из бесцветного стекла, плоскодонные, высотой 120 мм и внутренним диаметром 15 мм.

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

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

4. Проведение измерения.

Условия отбора проб воздуха.

Воздух со скоростью 0,2 л/мин. аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных сосуда, содержащих по 5 мл спирта. Поглотительные сосуды при этом охлаждают, помещая их в холодную воду со льдом.

Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 5 л воздуха в течение 25 минут.

Условия анализа.

Измеряют объем растворов в каждом поглотительном сосуде и по 2 мл пробы помещают в пробирки. Добавляют 1 мл спиртового раствора адкого натра, перемешивают и ставят одновременно все пробирки в воду, нагретую до 70⁰ С, выдерживают при температуре 65⁰ С в течение 20 мин. Затем пробирки помещают в холодную воду на 5 мин. В охлажденные пробирки вносят по 1 мл 10% раствора азотной кислоты, по 0,5 мл железосампличных квасцов и по 0,4 мл 0,3%-ного раствора роданида ртути. Через 5 мин. фотометрируют красное окрасивание растворов в кюветы с толщиной слоя 1 см при длине волны 480 нм.

Содержание диоксида азота в анализируемом объеме определяют

по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице 12.

Таблица 12

Шкала стандартов

| Номер стандарта | Стандартный раствор дихлорэтана с содержанием 100 мкг/мл, мл | Спирт этиловый, мл | Содержание дихлорэтана, мкг |
|-----------------|--|--------------------|-----------------------------|
| 1 | 0 | 2 | 0 |
| 2 | 0,1 | 1,9 | 10 |
| 3 | 0,2 | 1,8 | 20 |
| 4 | 0,4 | 1,6 | 40 |
| 5 | 0,6 | 1,4 | 60 |
| 6 | 0,8 | 1,2 | 80 |
| 7 | 1,0 | 1,0 | 100 |

Шкалу стандартов обрабатывают аналогично пробам. Шкала устойчива в течение дня.

Концентрацию дихлорэтана в мг/м^3 воздуха (X) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{m \cdot V_1}{V \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

m - количество дихлорэтана, найденное в анализируемом объеме, 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 (см. Приложение I).

Приложение I.

Формула приведения объема воздуха
к стандартным условиям

Согласно требованиям ГОСТа 12.1.005-76 объем отобранного воздуха приводит к стандартным условиям - температуре 20°C и барометрическому давлению 101,33 кПа /760 мм рт.ст./ по формуле:

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

V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, кПа;

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °C.

Для упрощения расчетов используются коэффициенты K /приложение 2/, вычисленными для температур в пределах от минус 30 до плюс 30°C и давлений от 97,33 до 101,86 кПа /730-764 мм рт.ст./.

Коэффициенты К для приведения объема воздуха к стандартным условиям.

| °C | Давление P, кПа/мм.рт.ст. | | | | | | | | | |
|-----|---------------------------|-----------|----------|-----------|-----------|---------|------------|------------|------------|------------|
| | 97,23/730 | 97,85/734 | 98,4/738 | 98,93/742 | 99,46/746 | 100/750 | 100,53/754 | 101,06/758 | 101,73/760 | 101,86/764 |
| -30 | 1,1582 | 1,1646 | 1,1709 | 1,1772 | 1,1836 | 1,1899 | 1,1963 | 1,2026 | 1,2058 | 1,2122 |
| -26 | 1,1393 | 1,1456 | 1,1519 | 1,1581 | 1,1644 | 1,1705 | 1,1768 | 1,1831 | 1,1862 | 1,1925 |
| -22 | 1,1212 | 1,1274 | 1,1336 | 1,1396 | 1,1458 | 1,1519 | 1,1581 | 1,1643 | 1,1673 | 1,1735 |
| -18 | 1,1036 | 1,1097 | 1,1158 | 1,1218 | 1,1278 | 1,1338 | 1,1399 | 1,1460 | 1,1490 | 1,1551 |
| -14 | 1,0866 | 1,0926 | 1,0986 | 1,1045 | 1,1105 | 1,1164 | 1,1224 | 1,1284 | 1,1313 | 1,1373 |
| -10 | 1,0701 | 1,0760 | 1,0819 | 1,0877 | 1,0936 | 1,0994 | 1,1053 | 1,1112 | 1,1141 | 1,1200 |
| -6 | 1,0540 | 1,0599 | 1,0657 | 1,0714 | 1,0772 | 1,0829 | 1,0887 | 1,0945 | 1,0974 | 1,1032 |
| -2 | 1,0385 | 1,0442 | 1,0499 | 1,0556 | 1,0613 | 1,0669 | 1,0725 | 1,0784 | 1,0812 | 1,0869 |
| 0 | 1,0309 | 1,0366 | 1,0423 | 1,0477 | 1,0535 | 1,0591 | 1,0648 | 1,0705 | 1,0733 | 1,0789 |
| +2 | 1,0234 | 1,0291 | 1,0347 | 1,0402 | 1,0459 | 1,0514 | 1,0571 | 1,0627 | 1,0655 | 1,0712 |
| +6 | 1,0087 | 1,0143 | 1,0198 | 1,0253 | 1,0309 | 1,0363 | 1,0419 | 1,0475 | 1,0502 | 1,0557 |
| +10 | 0,9944 | 0,9999 | 1,0054 | 1,0108 | 1,0162 | 1,0216 | 1,0272 | 1,0326 | 1,0353 | 1,0407 |
| +14 | 0,9806 | 0,9860 | 0,9914 | 0,9967 | 1,0027 | 1,0074 | 1,0128 | 1,0183 | 1,0209 | 1,0263 |
| +18 | 0,9671 | 0,9725 | 0,9778 | 0,9830 | 0,9884 | 0,9936 | 0,9999 | 1,0043 | 1,0069 | 1,0122 |
| +20 | 0,9605 | 0,9658 | 0,9711 | 0,9763 | 0,9816 | 0,9868 | 0,9921 | 0,9974 | 1,0000 | 1,0053 |
| +22 | 0,9539 | 0,9592 | 0,9645 | 0,9696 | 0,9749 | 0,9800 | 0,9853 | 0,9906 | 0,9932 | 0,9985 |
| +24 | 0,9475 | 0,9527 | 0,9579 | 0,9631 | 0,9683 | 0,9735 | 0,9787 | 0,9839 | 0,9865 | 0,9917 |
| +26 | 0,9412 | 0,9464 | 0,9516 | 0,9566 | 0,9618 | 0,9669 | 0,9721 | 0,9773 | 0,9799 | 0,9851 |
| +28 | 0,9349 | 0,9401 | 0,9453 | 0,9503 | 0,9555 | 0,9605 | 0,9657 | 0,9708 | 0,9734 | 0,9785 |
| +30 | 0,9287 | 0,9339 | 0,9391 | 0,9440 | 0,9492 | 0,9542 | 0,9594 | 0,9645 | 0,9670 | 0,9723 |
| +34 | 0,9168 | 0,9218 | 0,9268 | 0,9318 | 0,9368 | 0,9418 | 0,9468 | 0,9519 | 0,9544 | 0,9595 |
| +38 | 0,9049 | 0,9099 | 0,9149 | 0,9198 | 0,9248 | 0,9297 | 0,9347 | 0,9397 | 0,9421 | 0,9471 |

Приложение 9

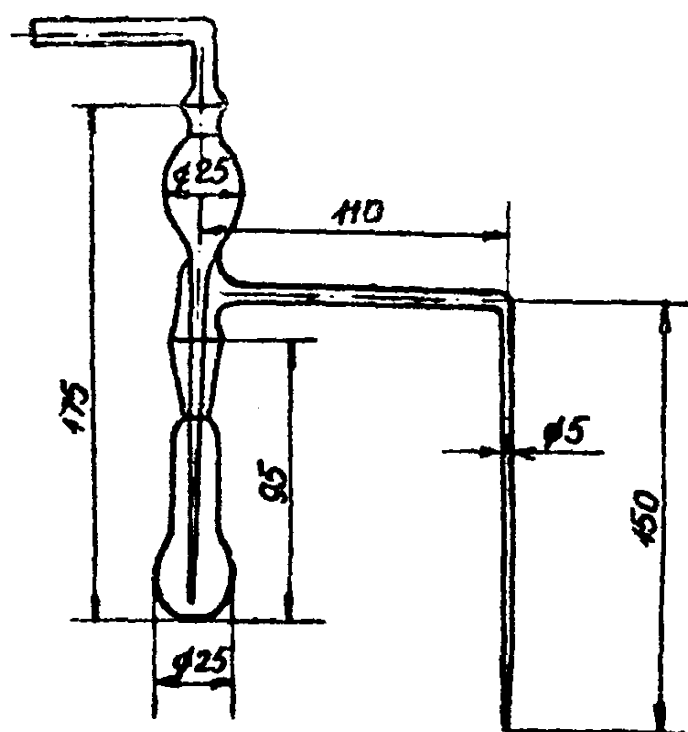


Рис. I Прибор для сжигания хлорорганических
ядовых веществ

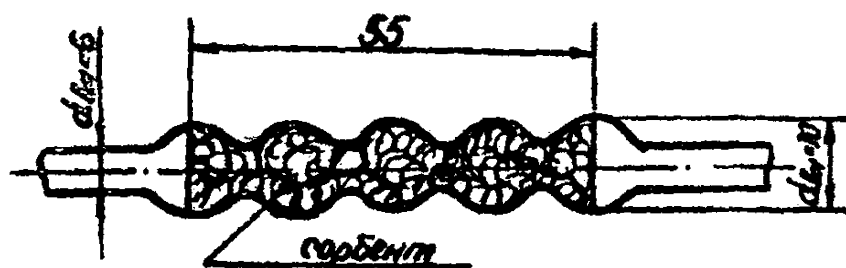


Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

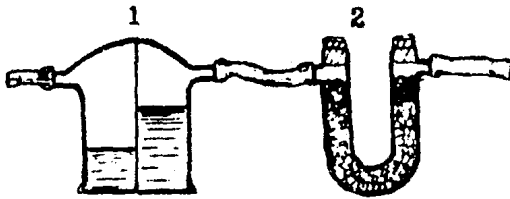


Рис. 3 Очистительная система. 1-сдвиг Тиссенко, 2- поглотитель с нагретой известью.

Приложение 4.

Список институтов, представивших новые методики
в данный сборник

| Наименование методики | 1 | Наименование института | 2 |
|--|---|---|---|
| Фотометрическое определение акрилонитрила | | Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний | |
| Газохроматографическое определение акриловой и метакриловой кислот | | " - " | |
| Фотометрическое определение аллилового спирта | | " - " | |
| Фотометрическое определение хлористого метила и хлористого этила | | " - " | |
| Фотометрическое определение 3,4-дихлорпропионаля | | " - " | |
| Фотометрическое определение толуолдиамин | | " - " | |
| Спектрофотометрическое определение карбазола | | Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний | |
| Фотометрическое определение кротонного альдегида | | Штаб военизированных горноспасательных частей Урала /г. Свердловск/ | |
| Фотометрическое определение 1- и 2-метилнафталинов | | Донецкий институт гигиены труда и профзаболеваний | |
| Фотометрическое определение аценафтена | | " - " | |
| Фотометрическое определение коллидина | | " - " | |
| Газохроматографическое определение метилнафталина и нафталина | | Ангарский институт гигиены труда и профзаболеваний | |
| Фотометрическое определение хлорной ртути /с/эле/ | | " - " | |

| 1 | 2 |
|---|--|
| Определение хлорной ртути методом атомно-абсорбционного анализа | Лугарской институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Газохроматографическое определение нафталина | Белорусский санитарно-гигиенический институт |
| Определение ртутьорганических соединений | Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Фотометрическое определение эфирсульфоната | " " " |
| Хроматографическое определение этилртути | ИНИИГИНТОКС |
| Фотометрическое определение этилртути | Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний |
| Фотометрическое определение дихлорэтана | Новосибирский санитарный институт |
| Фотометрическое определение окиси азота | " " " |

СОДЕРЖАНИЕ

стр.

| | |
|--|----|
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций этилбензена в воздухе | 3 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций ацетальдегида в воздухе | 7 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акрилонитрила в воздухе | 13 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций акриловой и метакриловой кислот в воздухе | 16 |
| Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций акриловой и метакриловой кислот в воздухе | 20 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аллилового спирта в воздухе | 24 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций первичных алифатических аминов в воздухе | 28 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 2-амино-1,3,5-триметилабензола в воздухе | 33 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-анилина в воздухе | 36 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций бериллия в воздухе | 40 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилтолуола в воздухе | 45 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дихлорэтана в воздухе | 49 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диоксана в воздухе | 53 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дикумилметана в воздухе | 58 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диметилового эфира терефталевой кислоты в воздухе | 62 |

| | |
|---|-----|
| Методические указания по фотометрическому измерению концентрации диоксида азотной кислоты в воздухе | 66 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3,4-дихлорпропионацилила в воздухе | 71 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций изопрена в воздухе | 75 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций суммы карбониллов кобальта и продуктов их разложения в воздухе | 80 |
| Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций карбазола в воздухе | 84 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентрации коллидина | 88 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций кароина, тиодана, атразина и хлоразина в воздухе | 91 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций кротонового альдегида в воздухе | 100 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций малеинового ангидрида в воздухе | 105 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций окиси мезитила в воздухе | 109 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 1- и 2-метилнафталинов в воздухе | 113 |
| Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилнафталина и нафталина в воздухе . | 117 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нафталина в воздухе | 121 |
| Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций нафталина в воздухе | 125 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нитроформа в воздухе | 129 |
| Методические указания по фотометрическому измерению концентраций пентахлорэтона и гексахлорэтона | 133 |