

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVII

Москва, 1981 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ

Выпуск XVII

Москва, 1981 г.

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

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

Редакционная коллегия: В.Б.Дорогова, М.Д.Бабина,
В.Г.Овечкин, В.А.Хомутова, Г.В.Медведева

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР
А.И. ЗАЙЧЕНКО
"18" сентября 1981 г.
№ 2323-81

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
НА ФОТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕТАНОЛА В
ПРИСУТСТВИИ ФОРМАЛЬДЕГИДА В ВОЗДУХЕ

CH_3OH

М.в. 32,04

Метанол - жидкость с т.кип. 64,7°C. Смешивается с водой и большинством органических растворителей.

$\text{H}-\overset{\text{O}}{\text{C}}-\text{H}$

М.в. 30,02

Формальдегид - газ с т.кип. 19°C, смешивается с водой и спиртом.

I. Общая часть

1. Определение основано на поглощении формальдегида и метанола водой, окислении в части пробы метанола до формальдегида и последующем определении их по реакции с хромотроповой кислотой.

2. Предел обнаружения в анализируемом объеме раствора для метанола - 1 мкг, для формальдегида - 0,2 мкг.

3. Предел обнаружения в воздухе метанола 0,3 мг/м³, формальдегида 0,07 мг/м³ (расчетные).

4. Погрешность определения ±5,5%.

5. Диапазон измеряемых концентраций для метанола 1,0-200 мг/м³, для формальдегида 0,2-50 мг/м³.

6. Определение метанола не мешает формальдегид (влияние устраняется в ходе определения).

7. Предельно допустимая концентрация в воздухе метанола - 5 мг/м³, формальдегида - 0,5 мг/м³.

II. Реактивы и аппаратура

8. Применяемые реактивы и растворы.

Формалин, х.ч., 40% раствор.

Метанол, ГОСТ 6995-67, х.ч., т.кп. 65°-66°.

Стандартный раствор формальдегида. В мерную колбу, емкость 100 мл приливают 2 мл формалина, доводят объем до метки дистиллированной водой и определяют содержание формальдегида в этом растворе. Для этого в коническую колбу с притертой пробкой наливают 15 мл воды, вносят точно 1 мл исходного раствора формальдегида, приливают 10 мл 0,1 н раствора йода и по каплям, осторожно перемешивая, вносят 20%-ный раствор едкого натра до появления устойчивой бледно-желтой окраски. Колбу оставляют на 10 мин. в темном месте, затем приливают 5 мл соляной кислоты 1:5, снова оставляют раствор на 10 мин. и оттитровывают избыток йода 0,1 н раствором тиосульфата. Когда раствор станет светло-желтым вносят 0,5 мл 1%-ного крахмала и титруют до обесцвечивания раствора. Одновременно с пробой исходного раствора формальдегида ставят контрольный опыт.

По разности между количеством тиосульфата, израсходованным на контрольное титрование, и избытком йода, не вошедшим в реакцию с формальдегидом, устанавливают количество йода, которое пошло на окисление формальдегида. 1 мл 0,1 н раствора йода соответствует 1,5 мг формальдегида. Установив содержание формальдегида в 1 мл раствора, соответствующим разведением водой готовят раствор № 1 с содержанием 1 мг/мл формальдегида. Раствор № 1 устойчив в течение месяца.

Стандартный раствор № 2 с содержанием 10 мкг/мл формальдегида готовят соответствующим разведением раствора № 1.

Стандартный раствор метанола № 1. Мерную колбу емкостью 25 мл с 10 мл воды взвешивают на аналитических весах, вносят 3-4 капли метанола и снова взвешивают. По разности весов определяют количество метанола. Раствор в колбе доводят до метки водой. Сохраняется в течение недели.

Стандартный раствор № 2, содержащий 100 мкг/мл метанола, готовят соответствующим разведением раствора № 1. Рабочий раствор № 3 с содержанием 10 мкг/мл метанола готовят разведением раствора № 2 в 10 раз водой.

Серная кислота, х.ч., ГОСТ 4204-66, 10%-ный раствор.

Хромотроповая кислота или ее динатриевая соль, ч. МРТУ 6-09-4740-67. Растворяют 100 мг хромотроповой кислоты в 10 мл 10%-ной серной кислоты, переводят в темную склянку с притертой пробкой приливают 125 мл концентрированной серной кислоты. Раствор сохраняют 3-4 дня.

Натрий серноватистокислый (тиосульфат), ч.д.а., ГОСТ 4215-66, 0,1 н раствор.

Йод, ч.д.а., ГОСТ 4159-64, 0,1н раствор.
Сольная кислота, х.ч. ГОСТ 3118-67, 1:5.
Крахмал растворимый, ч., ГОСТ 10163-62, 1%-ный раствор.
Едкий натр, х.ч., ГОСТ 4328-66, 20%-ный раствор.
Фосфорная кислота, х.ч., ГОСТ 6552-58, 85%-ный раствор.
Калий марганцевокислый, х.ч., ГОСТ 4527-65, 1%-ный раствор.
Натрий сернистокислый, ч.д.а., ГОСТ 1952-66, 3%-ный раствор свеже-приготовленный.

9. Применяемые посуда и приборы.

Аспирационное устройство.
Поглотительные приборы с пористой пластинкой.
Желбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 250, 100, 25 мл.
Пипетки измерительные, ГОСТ 20292-74, емкостью 1, 2, 5 и 10 мл с делениями 0,01-0,1 мл.

Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр.

III. Отбор проб воздуха

10. Воздух со скоростью 0,5-1 л/мин протягивают через поглотительный прибор с пористой пластинкой, содержащий 6 мл дистиллированной одн. Для определения 1/2 предельно допустимой концентрации следует собрать 3 л воздуха.

IV. Описание определения

11. Определение формальдегида. К 2 мл пробы в пробирке вносят ,5 мл хромотроповой кислоты в серной кислоте. После перемешивания пробирки помещают в кипящую воду на 30 мин. Затем пробирки охлаждают в холодной воде в течение 5 мин и через 15 мин измеряют оптическую плотность при длине волны 580 нм в кювете на 10 мм.

12. Определение метанола. В пробирки помещают по 2 мл пробы, вносят 0,25 мл фосфорной кислоты, по 2 капли марганцево-кислого калия и помещают на 15 минут в баню со льдом. По истечении этого времени пробирки вынимают из бани и по каплям вносят раствор сернистокислого натрия до обесцвечивания. Затем в пробирки вливают по 3,5 мл хромотроповой кислоты и ставят на 30 мин. в кипящую водяную баню. После нагревания пробирки охлаждают в холодной воде в течение 5 минут, фотометрируют при длине волны 580 нм в кювете на 10 мм. Найденная оптическая плотность пробы соответствует сумме метанола и формальдегида.

Содержание формальдегида и метанола определяют по калибровочным графикам, для построения которых готовят три шкалы стандартов, согласно таблицам IО и II.

Т а б л и ц а IО

ШКАЛА СТАНДАРТОВ
формальдегида для графиков № I и № 2

Номер стандарта	I	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор формальдегида № 3, мл	0	0,05	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5
Дистиллированная вода, мл	2	1,95	1,9	1,8	1,7	1,6	1,5
Содержание формальдегида, мкг	0	0,5	1	2	3	4	5

Для графика № I строят шкалу стандартов формальдегида и обрабатывают аналогично пробам при определении формальдегида.

Для графика № 2 строят шкалу стандартов формальдегида и обрабатывают аналогично пробам в условиях определения метанола.

Т а б л и ц а II

ШКАЛА СТАНДАРТОВ
метанола для графика № 3

Номер стандарта	I	2	3	4	5	6	7
Стандартный раствор метанола № 2, мл	0	0,1	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0
Дистиллированная вода, мл	2	1,9	1,8	1,6	1,4	1,2	1,0
Содержание метанола, мкг	0	1	2	4	6	8	10

Для графика № 3 строят шкалу стандартов метанола и обрабатывают аналогично пробам при определении метанола.

Концентрацию метанола в воздухе рассчитывают следующим образом: количество формальдегида, найденное по графику № 1 в мкг переводят на график № 2, то есть определяют по этому графику оптическую плотность, которой соответствует найденное количество формальдегида и обозначают ее - ДФО (оптическая плотность формальдегида в условиях окисления). После этого вычитают из оптической плотности суммы метанола и формальдегида - ДДФ оптическую плотность, соответствующую формальдегиду - ДФО. Разность соответствует метанолу - ДМ ($ДМ = ДДФ - ДФО$).

Содержание метанола в мкг находят по графику № 3.

Концентрацию формальдегида и метанола в $мг/м^3$ воздуха (X) вычисляют по формуле:

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

- y - найденное количество веществ в анализируемом объеме, мкг ;
- V_I - общий объем пробы, мл ;
- V - объем пробы, взятый для анализа, мл ;
- V_{20} - объем воздуха в л, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение I).

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

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

V_t - объем воздуха отобранный для анализа, л

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

t - 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 объёма воздуха к стандартным условиям: температура + 20°C
и атмосферное давление 101,33 кПа

Д а в л е н и е P, кПа

°C	97,33	97,86	98,40	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	1.1089
-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	1.0027	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
+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	0.9492	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

151

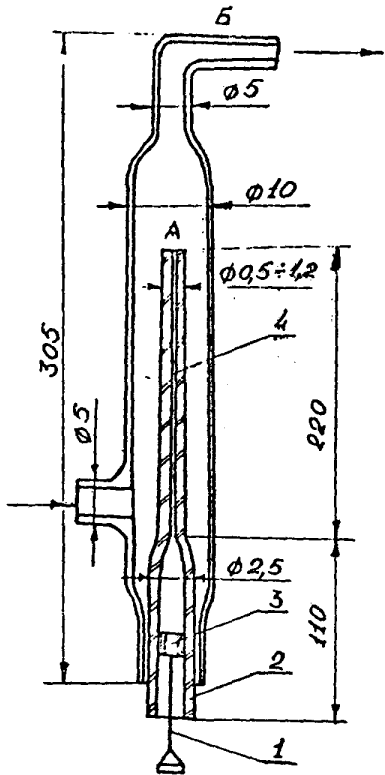


Рис.1. Установка для приготовления эталонных смесей с помощью диффузионного дозатора

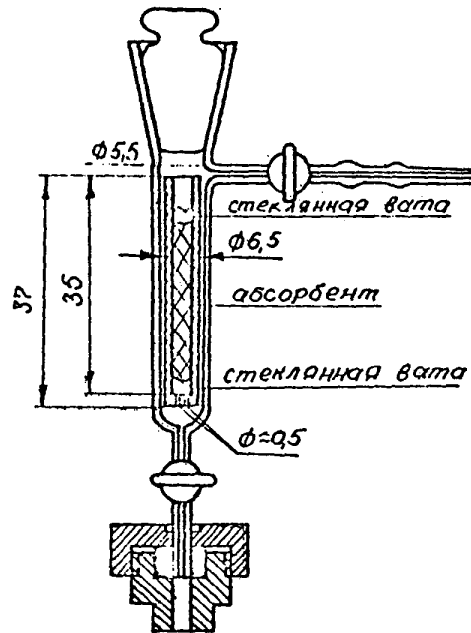


Рис.2. Устройство для ввода сконцентрированных в концентрате проб в хроматограф.

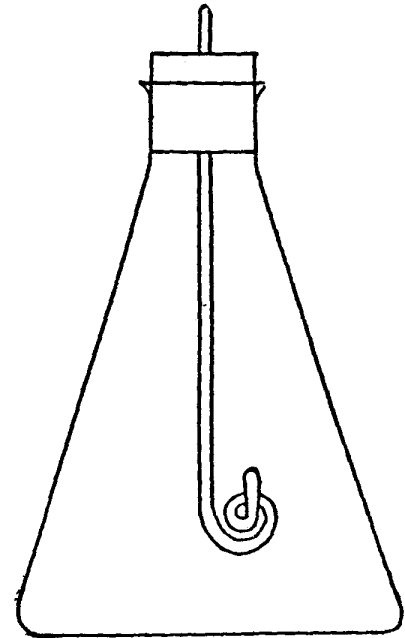


Рис.3. Колба для сжигания фильтров на определение содержания серы.

С П И С О К

институтов, представивших методики в
данный сборник

№ III	ВЕЩЕСТВО	Наименование института
I.	Амидопирин	Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
2.	Афуган	ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев
3.	Бензантрон	Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
4.	Бензилпенициллин	ВНИИ антибиотиков, г.Москва
5.	Бензоксазолон	Московский медицинский институт
6.	Гексахлоробутиадиен	ВНИИ противифилоксерная станция, г.Одесса
7.	Двуокись рутения	I-й медицинский институт, г.Москва
8.	Дикрил и менид	ВНИИ Гинтокс, г.Киев
9.	Диметилдихлорвинилфосфат (ДДВФ)	ВНИИ химических средств защиты растений, г.Москва.
10.	Диметилдихлорвинилфосфат, -гексахлорциклогексан, дихлордифенилтрихлорэтан	Казанский институт охраны труда
11.	Диметилтерефталат, метилбензоат, метилтолулат, метиловый и п-толуиловый спирты, п-толуиловый альдегид, п-толуиловая кислота, п-ксилол и дитолилметан	Ангарский НИИ гигиены труда и профзаболеваний
12.	Диметилцианамид	Университет дружбы народов им.П.Лумумбы.
13.	I,3 - дихлорпропилен	Новосибирский санитарный институт.
14.	3,4 - дихлорпропионалид	Горьковский НИИ гигиены труда и профзаболеваний, ВНИИ хим.средств защиты растений.
15.	Дурсбан	ВНИИ Гинтокс, г.Киев
16.	Зоокумарин	Тбилисский институт гигиены труда и профзаболеваний.
17.	Лассо CP-52223, суффикс	ВНИИ Гинтокс, г.Киев

1	2	3
18.	Малоран	ВНИИГинтокс, г.Киев
19.	Метанол в присутствии формальдегида	Новосибирский санитарный институт
20.	Метилизобутилкетон	Уфимский институт гигиены труда и профзаболеваний
21.	Окись, гидроокись стронция	1-й Медицинский институт, г.Москва
22.	2,3-оксинафтойная кислота	Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
23.	Олеандомицин	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
24.	Суммарное содержание парафиновых углеводородов $C_{11} - C_{10}$ и ароматических углеводородов	ВНИИ углеводородного сырья, г.Казань
25.	Пентахлорацетофенон	Львовский медицинский институт
26.	Пиримор	Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний
27.	Рицид	ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев
28.	Сероокись	Волгоградская СЭС
29.	Сера	Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний
30.	Смолистые вещества	То же
31.	Тачигарен	ВНИИ ГИНТОКС, г.Киев
32.	Топсин НФ-35 и НФ-	То же
33.	Трехбромистый бор	Новосибирский санитарный институт
34.	1-фенил, 4-5 дижорширидазон	Уфимский институт гигиены труда и профзаболеваний
35.	1-фенилендималеимид	Гор. СЭС, г.Москва
36.	Фенозон и дижорширидазон	ВНИИ хим. средств защиты растений, г.Москва
37.	Фталан	Тбилисский институт гигиены труда и профзаболеваний
38.	Фтористый алюминий	ЦИУВ Кафедра промгигиены, г.Москва
39.	Фторотан, ингалан, диэтиловый эфир, этиловый спирт	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
40.	6-хлорбензоксазолон и хлористил - 6-хлорбензоксазолон	Львовский медицинский институт
41.	1-хлор - 2 этилгексан	Гор.СЭС, г.Москва
42.	Цианлиав и цианистый водород	Тбилисский институт гигиены труда и профзаболеваний
43.	Цинк и кадмий	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва

СО Д Е Р Ж А Н И Е

стр.

1. Методические указания на колориметрическое определение амидопиррина в воздухе	3
2. Методические указания на хроматографическое определение афугана в воздухе	6
3. Методические указания на фотометрическое определение бензотренина в воздухе	9
4. Методические указания на фотометрическое определение бензилпенициллина в воздухе	12
5. Методические указания на спектрофотометрическое определение бензоксазона в воздухе	16
6. Методические указания на хроматографическое определение гексахлорбутадиена в воздухе.....	19
7. Методические указания на фотометрическое определение двуокиси рутения в воздухе	22
8. Методические указания на хроматографическое определение дикрилла и менида в воздухе	25
9. Методические указания на газохроматографическое определение диметилдихлорвинилфосфата в воздухе.....	29
10. Методические указания на газохроматографическое определение диметилдихлорвинилфосфата, γ - гексахлорциклогексана и дихлордифенилтрихлорэтана в воздухе	33
11. Методические указания на газохроматографическое определение диметилтерефталата, метилацетата, метилбензоата, метилтолулата, метилового и п-толулового спиртов, п-толулового альдегида, п-толулово-й кислоты, п-ксилола и дитоллиметана в воздухе	37
12. Методические указания на фотометрическое определение диметилцианмида в воздухе	42
13. Методические указания на газохроматографическое определение 1-3 - дихлорпропилена в воздухе	45
14. Методические указания на газохроматографическое определение 3,4 - дихлорпропиоанилида в воздухе.....	49
15. Методические указания на газохроматографическое определение дурсбана в воздухе	52

16. Методические указания на хроматографическое определение зоокумарина в воздухе	55
17. Методические указания на спектрофотометрическое определение лиссо, СР-5224 сульфидов в воздухе	59
18. Методические указания на хроматографическое определение малорана в воздухе	62
19. Методические указания на газохроматографическое определение малорана в воздухе	65
20. Методические указания на фотометрическое определение метанола в присутствии формальдегида в воздухе	68
21. Методические указания на хроматографическое определение метилизобутилкетона в воздухе	73
22. Методические указания на спектральное определение оксидов и гидроксидов стронция в воздухе	77
23. Методические указания на фотометрическое определение 2,3-оксинафтойной кислоты в воздухе	80
24. Методические указания на фотометрическое определение олеандрицина в воздухе	83
25. Методические указания на газохроматографическое определение суммарного содержания парафиновых углеводородов $C_1 - C_{10}$ и ароматических углеводородов в воздухе	86
26. Методические указания на хроматографическое определение пентахлорацетофенона в воздухе	91
27. Методические указания на спектрофотометрическое определение пиримора в воздухе	94
28. Методические указания на хроматографическое определение ринида в воздухе	97
29. Методические указания на газохроматографическое определение сероокиси в воздухе	100
30. Методические указания на фотометрическое определение серы в воздухе	103
31. Методические указания на флуоресцентное определение смолистых веществ в воздухе	106
32. Методические указания на хроматографическое определение табачарена в воздухе	109
33. Методические указания на хроматографическое определение топсинов ИФ-35 и ИФ-44 в воздухе	112
34. Методические указания на фотометрическое определение трехбромистого бора и продуктов его разложения в воздухе	115

35. Методические указания на фотометрическое определение I-фенил, 4-5-дихлорпиридазона - в воздухе.....	I19
36. Методические указания на фотометрическое определение м-фенилендиималеимида в воздухе.....	I22
37. Методические указания на газохроматографическое определение феназона и дихлорпиридазона в воздухе	I26
38. Методические указания на фотометрическое определение фталана в воздухе	I30
39. Методические указания на фотометрическое определение фтористого алюминия в воздухе	I33
40. Методические указания на газохроматографическое определение фторотана, ингалана, диэтилового эфира и этилового спирта в воздухе	I36
41. Методические указания на спектрофотометрическое определение 6-хлорбензоксазолна и хлорметил-6-хлорбензоксазолна в воздухе.....	I40
42. Методические указания на фотометрическое определение I - хлор - 2 этил-гексана в воздухе.....	I43
43. Методические указания на фотометрическое определение цианплавана и цианистого водорода в воздухе	I46
44. Методические указания на полярографическое определение цинка и кадмия в воздухе	I50
45. Приложение I. Приведение объема воздуха к стандартным условиям	I53
46. Приложение 2. Таблица коэффициентов для различных температур и давления	I54
47. Приложение 3. Рисунки.....	I55
48. Приложение 4. Список институтов, представивших Методики	I56