

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 ГОСТа И2.1.005-76. 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

"ТВЕРДАН"

Заместитель Главного Государственного Санитарного
врача СССР

А.И. Заиченко

"12" Января 1984 г.

№ 2595

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОМУ ОПРЕДЕЛЕНИЮ РТУТЬОРГАНИЧЕСКИХ
ВДОХИМАКОВ: АГРОНАЛА, ГРАНОЗАНА, МЕРКУРАНА, МЕРКУРТЕКСАНА,
ИВУМЕ-1, РАДОСАНА, ЭТИЛМЕРКУРХЛОРИДА И ЭТИЛМЕРКУРФОСФАТА
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ.

I. Характеристика метода.

Определение основано на разрушении ртуторганических соединений спиртовым раствором иода и последующим определении иода ртути по желто-розовой окраске осадка комплексной ртути-иодно-медной иодидной соли, которая образуется при взаимодействии растворов иодной ртути и солей меди в присутствии восстановителя.

Отбор проб производится с концентрированием в 0,08%-ный спиртовой раствор иода и на фильтр АФА-ХА-20.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 0,1 мкг.

Предел измерения в воздухе 0,0025 мг/м³ / при отборе 400 л воздуха на аэрозоль и 160 л - на пары /.

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе 0,0025 мг/м³ - 0,025 мг/м³.

Определение иода, ртути и другие ртуторганические соединения.

Граница суммарной погрешности определения ртуторганических ядохимикатов в воздухе не превышает $\pm 25\%$.
 Предельно допустимая концентрация этилртуторхлорида и этилртуторфосфата / по содержанию ртути / в воздухе - $0,005 \text{ мг/м}^3$, ртуторала - $0,005 \text{ мг/м}^3$, радосана, агронала, НИУИ-1 и ртуторгексана не установлены.

2. Реагенты, растворы и материалы.

Ртутор хлорная, ГОСТ 4519-48 ч.

Стандартный раствор № 1, содержащий 100 мкг/мл ртути.

Готовят растворением 0,0135 г хлорной ртути в мерной колбе, емкостью 100 мл в небольшом объеме 0,25% раствора мода в молистом калии, им же доводят объем раствора до метки. Раствор устойчив 6 месяцев.

Стандартный раствор № 2, содержащий 1 мкг/мл ртути. Готовят соответствующим разбавлением поглотительным раствором стандартного раствора № 1. Раствор устойчив 6 дней.

Мод кристаллический, ГОСТ 4159-64, возогманный.

Калий молистый, ГОСТ 4232-65:

Мод, 0,25% раствор / готовят в растворе 3% молистого калия /.

Спирт этил. выд., ректификакт, ГОСТ 5962-67.

Поглотительный раствор, 0,08% спиртовой раствор мода.

Мошь азотнокислая, оксенная, ГОСТ 4163-68, 8% раствор.

Аммиак, ГОСТ 3760-64, 25% раствор.

Гидроксиламин солянокислый, ГОСТ 5456-65.

Кислота уксусная, ГОСТ 61-69, ледяная или 98%.

Оксинолимердистиллят, ГОСТ 8433-57, ОП-10 или ОП-7, 3% водный раствор, фильтрованный.

Составной раствор. В колбу с притертой пробкой вносят

5 мл 8% раствора азотной кислоты меди, 1,5 мл 20% раствора аммиака, 1 г солянокислого гидроксиламина и перемешивают до растворения. К обесцвеченному раствору приливают 15 мл 3% раствора ПН-10 или ПН-7, перемешивают и фильтруют. Раствор употребляют свежеприготовленный.

Фильтры АФА-ХА-20.

3. Приборы и посуда.

Аспирационное устройство.

Поглотительные сосуды с пористой пластинкой.

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

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, емкости 25 и 500 мл.

Пробирки типа центрифужных.

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

4. Проведение измерений.

Условия отбора проб воздуха.

Воздух аспирируют параллельно на пары и аэрозоли. Аэрозоли отбирают на фильтры АФА-ХА-20 со скоростью 15 л/мин. Пары ртутиорганических соединений в 2 последовательно соединенных поглотительных сосуда, содержащих по 4 мл поглотительного раствора со скоростью 0,8-1 л/мин. Поглотительные сосуды погружают в охлаждающую смесь / лед и соль / и периодически, если это необходимо, во время отбора пробы доливают испарившуюся жидкость до первоначального объема.

Для определения 1/2 ДДК необходимо отобрать 160 л воздуха в течение 160 мин. на содержание ртутиорганических соединений и 400 л воздуха в течение 30 мин. на содержание аэрозолей.

Подготовка и условия анализа.

Объем пробы доводят в поглотительном приборе до 4 мл поглотительным раствором. Для анализа берут 1 мл пробы из поглотительного прибора в колориметрическую пробирку. Фильтр переносят в маленький стаканчик. Внутреннюю часть аллонжа промывают 5 мл поглотительного раствора, сливая его в стаканчик с фильтром, чтобы жидкость полностью смачивала его. Через 20 минут жидкость фильтруют в мерный цилиндр. Фильтр промывают дважды 3-4 мл поглотительного раствора, отжимая фильтр стеклянной палочкой в тот же цилиндр, и доводят объем до 1 мл.

Для определения ртути берут 1 мл раствора в колориметрическую пробирку. Пробу анализируют отдельно. Полученные результаты суммируют.

Одновременно готовят шкалу стандартов согласно таблице 31.

Таблица 31

Шкала стандартов.

Номер стандарт	Стандартный раствор, мл	Поглотительный раствор, мл	Содержание ртути, мкг
0	0	1,0	0
1	0,1	0,9	0,1
2	0,2	0,8	0,2
3	0,4	0,6	0,4
4	0,6	0,4	0,6
5	0,8	0,2	0,8
6	1,0	0	1,0

Во все пробирки проб и шкалы стандартов прибавляют по 0,2 мл уксусной кислоты, взбалтывают, далее доводят до 0,2

мя составного раствора, вновь разбавляют и оставляют на 30-40 мин. до полного оседания взвеси.

Колориметрирование производят по осадкам на дне пробирок. Раствор над осадками при этом должен быть прозрачным.

Концентрацию ртутьорганических соединений в мг/м³ воздуха / X / вычисляют по формуле:

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

G - количество ртути, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

V₁ - общий объем пробы, мл;

V - объем пробы, взятый для анализа, мл;

V₂₀ - объем воздуха, л, взятый для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле / см. приложение I /;

K - коэффициент для пересчета ртути на соответствующее ртутьорганическое соединение / см. таблицу 32 /

Таблица 32

Коэффициенты для пересчета ртути на ртутьорганические соединения.

Название препарата	! Коэффициент
Этилмеркурхлорид	1,32
Этилмеркурофосфат	1,30
Агронал / смесь фенилмеркуробромид и наполнителя /	1,78
Гранозан / смесь этилмеркурхлорида и гальки /	1,32
Меркурал / смесь этилмеркурхлорида, гексахлорцикло-гексана и наполнителя /	1,32
Меркургексан / этилмеркурхлорид, гексахлорбензол, гепта-мол /	1,32
ИВУИФ-1 / смесь этилмеркурофосфата и углекислого кальция /	1,30
Радосан / смесь метоксиэтилмеркурата и наполнителя /	1,59

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

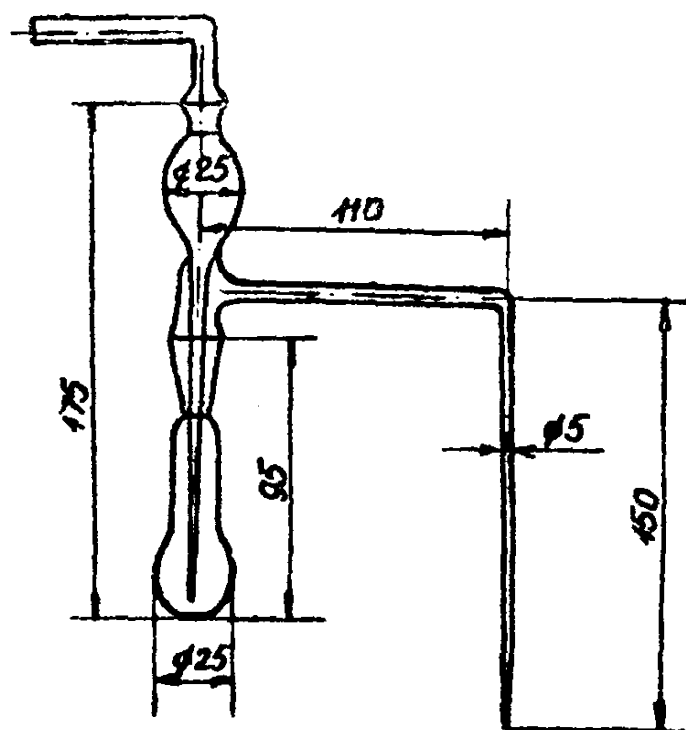


Рис. I Прибор для сжигания хлорорганических
ядовых веществ

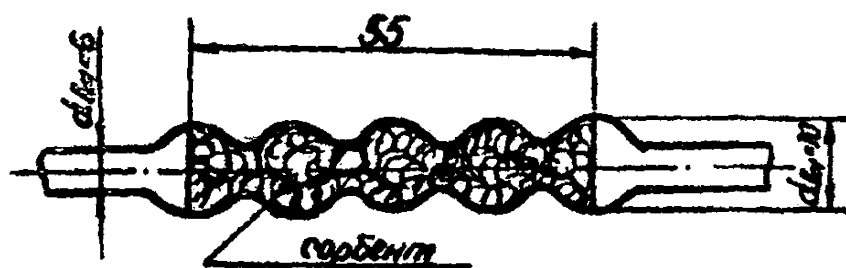


Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

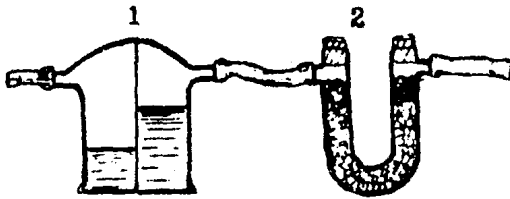


Рис. 3 Очистительная система. 1-сдвиг Тиссенко, 2- поглотитель с нагретой известью.

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	ВНИИГИНТОКС
Фотометрическое определение этилртути	Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение дихлорэтана	Новосибирский санитарный институт
Фотометрическое определение окиси азота	" - "