

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ
ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ**

(переработанные технические условия, выпуск 8)

Москва - 1983 г.

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ**

/переработанные технические условия выпуск, 8/

Москва - 1983 г.

Сборник Методических указаний составлен на основе ранее опубликованного 8 выпуска технических условий. Включенные в сборник методики переработаны в соответствии с требованиями ГОСТ'а 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.

Редакционная коллегия: Р.Н.Македонская, С.И.Муравьева
Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

СОДЕРЖАНИЕ

стр.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций азотистокислого натрия в воздухе ..	4
2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций алюминийорганических соединений в воздухе	6
3. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аминазина в воздухе	19
4. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 5-амино-8-оксо-3,7-дибром-1,4-нафтохинолина в воздухе	17
5. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций антрацена в воздухе	21
6. Методические указания по измерению концентраций бромистого металла в воздухе	25
7. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилбутилового эфира в воздухе .	29
8. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 1,2-дибромпропана в воздухе . . .	33
9. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диметилacetамид в воздухе	37
10. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций о-дихлорбензола и п-дихлорбензола в воздухе	41
11. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 2,3-дихлор-1,4-нафтохинона в воздухе	46
12. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 1 диметилхлорфосфата в воздухе . .	50
13. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций изопропилхлорформата /изопропилкарбоната/ в воздухе	55

14. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций кадмия в воздухе	60
15. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций метилнитрофоса в воздухе	64
16. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 4-метиламино-I-оксиэтиламино-антрахинона в воздухе	68
17. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций нитрометана в воздухе	71
18. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-оксиdifениламина в воздухе	75
19. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций перхлорэтилмеркаптана в воздухе	78
20. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций симазина, пропазина и антразина в воздухе	82
21. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций симазина в воздухе	86
22. Методические указания по полярографическому измерению концентраций сурьмы в воздухе	90
23. Методические указания по полярографическому измерению концентраций пятихлористой сурьмы в воздухе	97
24. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций толуола, бутилацетата и бутанола в воздухе	102
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций треххлористой и двуххлористой сурьмы в воздухе	107
26. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций трихлорэтилена, тетрахлорэтана и тетрабромэтана в воздухе	111
27. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций трихлорэтилена и тетрахлорэтилена /перхлорэтилена/ в воздухе	117

28. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций тетрахлорэтилена /перхлорэтилена/ в воздухе	121
29. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций трикрезилфосфата и триоксенилфосфата в воздухе	126
30. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций трихлорбензола в воздухе	131
31. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций солянокислого п-фенидина в воздухе	135
32. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3-хлор-1-бромпропана и 2-хлорэтаносульфохлорида в воздухе	139
33. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций м-хлорфенилизоцианата и п-хлорфенилизоцианата в воздухе	145
34. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций п-хлоранилина и м-хлоранилина в воздухе	149
35. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций хлорбензола и бромбензола в воздухе	153
36. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций хлорангидрида трихлоруксусной кислоты в воздухе	156
37. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций цианурхлорида /хлористого цианура/ в воздухе	162
Приложение 1. Приведение объема воздуха к стандартным условиям	167
Приложение 2. Таблица коэффициентов для различных температур и давления	168
Приложение 3. Список институтов, представивших методики	169

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

А.И. Заиченко
А.И. ЗАИЧЕНКО

"22" *марта* 1993 г.

№ 2767/13

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ
ТРИХЛОРОЭТИЛЕНА, ТЕТРАХЛОРОЭТАНА И ТЕТРАБРОМЭТАНА В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Трихлорэтилен $\text{CHCl}_2\text{-CHCl}_2$ $M = 131,38$

Бесцветная жидкость. Плотность 1,44 при 15° , $T_{\text{пл}} - 86,4^\circ$,
 $T_{\text{кип}} 88-90^\circ$. Растворяется в этиловом спирте и эфире, в воде
малорастворим.

Тетрахлорэтан $\text{CHCl}_2 - \text{CHCl}_2$ $M = 167,84$

Бесцветная жидкость. Плотность 1,602 при 15° , $T_{\text{пл}} - 43,8^\circ$,
 $T_{\text{кип}} 62^\circ$ при 45 мм рт.ст. Растворяется в этиловом спирте и эфире,
в воде не растворяется.

Тетрабромэтан $\text{CBr}_2\text{CHBr}_2$ $M = 345,68$

Бледно-желтая жидкость. Плотность 2,967 при 20° , $T_{\text{пл}} 0,1^\circ$,
 $T_{\text{кип}} 144^\circ$ при 40 мм рт.ст. Растворяется в этиловом спирте, эфире,
хлороформе, анилине, в воде малорастворим.

I. Характеристика метода

Определение основано на образовании дигалогидра глутаконного
альдегида при взаимодействии галогидропроизводных этана и пирролидина

о анилином.

Отбор проб проводится с концентрированием в пиридине.

Предел измерения трихлорэтилена и тетрахлорэтана 0,3 мкг и 0,7 мкг тетрабромэтана в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе трихлорэтилена и тетрахлорэтана 0,6 мг/м³ /при отборе 1 л/ и 0,3 мг/м³ тетрабромэтана /при отборе 4,5 л/.

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе трихлорэтилена и тетрахлорэтана 0,6–20 мг/м³ и 0,3–8,5 мг/м³ тетрабромэтана.

Определению мешают галогенпроизводные метана, этана, хлора и брома.

Мешающее влияние хлора и брома устраняют в процессе отбора проб.

Граница суммарной погрешности измерения в воздухе не превышает ±25%.

Предельно допустимые концентрации трихлорэтилена в воздухе 10 мг/м³, тетрахлорэтана 5 мг/м³, тетрабромэтана 1 мг/м³.

2. Реактивы и растворы

Трихлорэтилен, $T_{\text{кип}}$ 87,2°C

Тетрахлорэтан, $T_{\text{кип}}$ 146,1°C

Тетрабромэтан, $T_{\text{кип}}$ 243,5°C

Основной раствор. Растворяют точную навеску веществ в пиридине.

Стандартный раствор № 1, содержащий 20 мкг/мл, и стандартный раствор № 2, содержащий 2 мкг/мл, готовят соответствующим разбавлением пиридином основного раствора. Сохраняются соответственно 24 – 6 часов.

Пиридин, ч.д.а., ГОСТ 13647-78, очищенный.

Пиридин кипятят 1 ч в колбе с обратным холодильником над кристаллической щелочью /6-7 г щелочи на 100 мл пиридина/. Перегоняют, предварительно добавляя 3-4 г щелочи, отбирают фракцию, кипящую при 114-116°C. Хранят в темном месте.

Анилин, ч.д.а., ГОСТ 5819-78, перегнанный, $T_{\text{длн}}$ 184,4°C.

Натр едкий, х.ч., ГОСТ 4528-77, 1 N раствор.

Кислота уксусная, х.ч., ГОСТ 61-75, ледяная.

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67, ректификат.

Йодид калия, х.ч., ГОСТ 4232-74, 40% раствор.

Вата гигроскопическая.

Индикаторная вата.

Гигроскопическую вату промывают горячим спиртом и сушат при 85-90°C. Погружают 10 г ваты на 20 минут в 40% раствор йодида калия, отжимают между листами фильтровальной бумаги и сушат при 85-90°C. Хранят склянкой из темного стекла. Сменяют вату при заметном пожелтении.

3. Приборы и посуда

Фотокалориметр или спектрофотометр

Аспирационное устройство

Поглотительные сосуды Зайцева

Пробирки колориметрические, высотой 120 мм и внутренним диаметром 15 мм

Шпатель, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 5 и 50 мл

Индикаторная трубка, диаметром 6-7 мм

Баня водяная.

4. Проведение измерения

Условия отбора проб воздуха

Воздух со скоростью 0,2-0,3 л/мин аспирируют через 2 поглотительных сосуда Зайцева, содержащих по 2 мл пиридина, при охлаждении /вода + лед/. В присутствии в воздухе хлора или брома перед поглотительным сосудом устанавливают трубку, заполненную 0,3-0,5 г индикаторной ваты. Трубку замкляют, если появлялся окрашенный слой йода достигнем середины слоя ваты.

Для определения 1/2 ЦК трихлорэтилена и тетрахлорэтана достаточно отобрать 0,5 л воздуха в течение 2-х минут, для определения 1/2 ЦК тетрабромэтана достаточно отобрать 3 л воздуха в течение 10 минут.

Условия анализа

Содержимое поглотительных сосудов сливают вместе. 2 мл пробы вносят в колориметрическую пробирку, добавляют 0,5 мл I N раствора однократного натра и нагревают 1-2 минуты при 100°C. По охлаждению прибавляют 0,5 мл уксусной кислоты, 0,1 мл анилина, доводят объем водой до 4 мл, перемешивают и через 15 минут фотоаспирируют при длине волны 485-495 нм в кювете с толщиной слоя 10 мм. Окрашенные растворы сохраняются в течение 3 часов.

Содержание веществ в анализируемом объеме определяют по предварительно построенным градуировочным графикам. Для построения градуировочных графиков готовят шкалы стандартов, согласно таблицам 23,24.

Таблица 23.

Шкала стандартов
/трихлорэтилен и тетрахлорэтан/

Номер стан-дарты	Стандартный раствор, содержащий 2 мкг/мл, мл	Стандартный раствор, содержащий 20 мкг/мл, мл	Пиридин, мл	Содержание веществ, мкг
1	0	-	2,0	0
2	0,15	-	1,85	0,3
3	0,3	-	1,7	0,6
4	0,5	-	1,5	1,0
5	1,0	-	1,0	2,0
6	2,0	-	0	4,0
7	-	0,3	1,7	6,0
8	-	0,5	1,5	10,0

Таблица 24.

Шкала стандартов /тетрабромэтан/

Номер стан-дарты	Стандартный раствор, содержащий 2 мкг/мл, мл	Стандартный раствор, содержащий 20 мкг/мл, мл	Пиридин, мл	Содержание тетрабромэтана, мкг
1	0	-/	2	0
2	0,35	-	1,65	0,7
3	0,75	-	1,25	1,5
4	1,5	-	0,5	3
5	-	0,3	1,7	6
6	-	0,5	1,5	10
7	-	0,75	1,25	15
8	-	1,0	1,0	20

Шкалы стандартов обрабатываются аналогично пробам.

Концентрацию веществ в мг/м³ воздуха /X/ вычисляет по формуле:

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

- x - количество трихлорэтана /тетрахлорэтана, тетрабромэтана/, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;
- V_1 - общий объем пробы, мл;
- V_2 - объем пробы, взятый для анализа, мл;
- V_0 - объем воздуха /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 объема воздуха к стандартным условиям: температура +20°C
и атмосферное давление 101,35 кПа /760 мм рт.ст./

°C	Давление P, кПа										
	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	0.9816	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	0.9852	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

Приложение 3

С П И С О К

институты, представивших метсдпки в данный обзорник

Вещество	Наименование института
1	2
Азотнокислый натрий	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Алюминийорганические соединения	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Аминазин	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Антрацен	Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний
Бромистый метил	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Винилбутиловый эфир	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
1,2-Дибромпропан	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Диметилацетамид	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
o-Дихлорбензол и п-Дихлорбензол	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
2,3-Дихлор-1,4-нафтохинон	Харьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Диэтилхлортиофосфат	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Изопропилхлорформат /изопропилхлоркарбонат/	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Кадмий	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва
Метилнитрофоо	ВН.ИГянтско, г. Киев

1	1	2
Нитрометан	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний	
Перхлорметалмеркаптан	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний	
Сямазин	Институт железнодорожной гигиены ИСУ МПС, г. Москва	
Сж.азян, пропаяян, антравиан	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний	
Сурьма	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва, Ленинградский институт охраны труда	
Пятихлористая сурьма	Ленинградский институт охраны труда	
Толуол, бутяльцетат, бутяльвий спирт	Институт гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва	
Трехфтористая и двух- хлористая сурьма	Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний	
Трихлорэтилен, тетра- хлорэтан, тетрабромэтан	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний	
Трихлорэтилен, тетрахлорэтилен	Белорусский санитарно-гигиенический институт, г. Минск, Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний*	
Трикрезилфосфат и триоктиленилфосфат	Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний	
Трихлорбензол	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний	
п-Хлорфенилизотианат и н-хлорфенилизотианат	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний	
Хлорбензол и бромбензол	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний	
Хлорангидрид трихлор- угоусной кислоты	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний	
Цианурхлорид	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний	