

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

Утверждено

Заместитель Главного Государственного Санитарного
врача СССР

А.И. Закченко

№ 12 " 198 г.

№ 224

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
АКРИЛОНИТРИЛА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ.

СН₂-СМСИ

№-53,06

1. Характеристика метода.

Определение основано на взаимодействии акрилонитрила с бромом. Получающийся бромидоксид определяет фотометрически по образованию полиметинового красителя.

Отбор проб производится с концентрированием в воду.

Предел измерения акрилонитрила в анализируемом объеме проб 0,5 мг.

Предел измерения акрилонитрила в воздухе 0,15 мг/м³ /при отборе 5 л /.

Диапазон измеряемых концентрации акрилонитрила 0,15-3,0 мг/м³.

Определение не мешают аммиак, метилакрилат, акриловая кислота и метанол.

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

Предельно допустимая концентрация акрилонитрила в воздухе $0,5 \text{ мг/м}^3$.

2. Реактивы и растворы.

Акрилонитрил, МРТУ 6-09-2487-65 ч., т.кпн. $78-79^\circ$.

Основной раствор акрилонитрила. Готовят в мерной колбе из точной навески акрилонитрила в воде. Раствор устойчив 2 недели.

Стандартный раствор, содержащий 10 мг/мл. Готовят в мерной колбе соответствующим разбавлением основного раствора водой. Устойчив раствор 3 дня.

Кислота уксусная, ледяная, ГОСТ 61-75, 50%-ный раствор.

Бром, ГОСТ 4109-64, хч. Растворяют 0,5 мл брома в 50%-ной уксусной кислоте, применяют через 2 часа. Хранят в темноте не более 2-х дней.

Аммоний уксуснокислый, ГОСТ 3117-68, 40%-ный раствор.

Гидразин сернокислый, ГОСТ 5841-74, 1%-ный раствор.

Перидин, ГОСТ 2747-67, ч. Кипятят 1 час с обратным холодильником с добавкой кристаллической щелочи. Затем перегоняют над кристаллической щелочью $\sim 10 \text{ г}$ на 200 мл перидина /.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-67, хч, плотность 1,19.

Сульфаниловая кислота, безводная, ГОСТ 5821-69, чда.

Перидин-сульфанилатный реактив. Готовят 5%-ный раствор сульфаниловой кислоты в смеси перидина, воды и соляной кислоты, взятых в соотношении 6:3:1.

3. Посуда и приборы.

Фотоспектроколориметр или спектрофотометр

Аспирационное устройство

Поглотительные сосуды Зайцева.

Пипетки, ГОСТ 20294-74, емкости 1, 2, 5 и 10 мл с делениями на 0,01 и 0,1 мл.

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

Пробирки колориметрические плоскодонные с притертыми пробками, высотой 120 мм, внутренним диаметром 15 мм.

4. Проведение измерений.

Условия отбора проб воздуха.

Воздух аспирируют со скоростью 0,2-0,25 л/мин. через два последовательных сосуда Зайцева с 5 мл воды в каждом, охлаждаемых льдом. Для определения 1/2 ПДК следует отобрать 3 л воздуха. Пробы устойчивы в течение суток.

Условия анализа.

Из каждого поглотительного прибора отбирают 2 мл проб в колориметрические пробирки, добавляют по 0,2 мл раствора уксуснокислого аммония и 0,4 мл раствора брома, перемешивают и оставляют на 15 мин. с закрытыми пробками. Затем добавляют по каплям 1% раствор сернистого гидразина до обесцвечивания брома и 2-3 капли избытка. Добавляют 1,5 мл воды и 4 мл пикариносulfаньлатного реактива, перемешивают и через 5 мин. фотометрируют при длине волны 490 нм, в кювете с толщиной слоя 20 мм.

Содержание акрилонитрила в анализируемом объеме определяют по предварительно построенному градуировочному графику. Для построения градуировочного графика готовят шкалу стандартов согласно таблице 4.

Таблица 4

Шкала стандартов

№ стан- а	Стандартный рас- твор, содержащий 10 мкг/мл, г/л	Вода, мл	Содержание акрилонитрила, мкг
1	0	2	0
2	0,05	1,95	0,5
3	0,1	1,9	1,0
4	0,2	1,8	2,0
5	0,4	1,6	4,0
6	0,6	1,4	6,0
7	0,8	1,2	8,0
8	1,0	1,0	10,0

Шкалу стандартов обрабатывают аналогично пробам. Шкала стандартов устойчива 30 мин.

Концентрацию акрилонитрила в $\text{мг}/\text{м}^3$ воздуха (X) вычисляют по формуле:

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

G - количество акрилонитрила, найденное в аналитической пробе из пробы, мкг;

V - объем пробы, взятый для анализа, мл;

V_1 - общий объем пробы, мл;

V_{20} - объем воздуха, X, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям // см. Прил. кenne 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, °С.

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

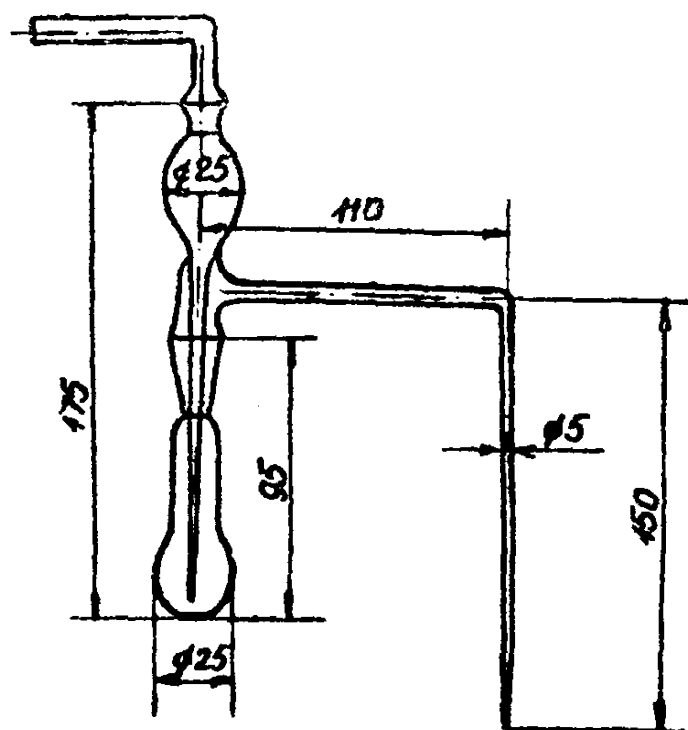


Рис. I Прибор для сжигания хлорорганических
ядовых веществ

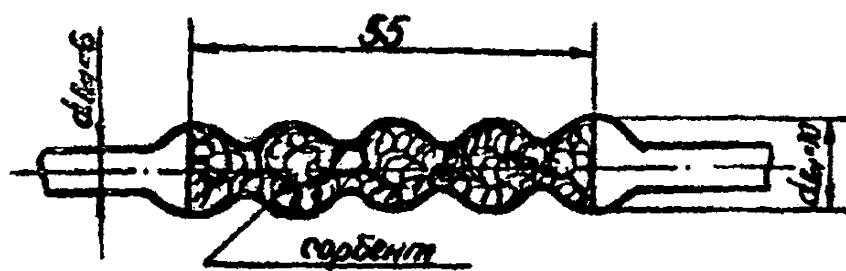


Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

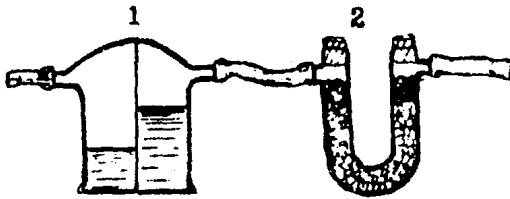


Рис. 3 Очистительная система. 1-сдвиг Тисенко, 2- поглотитель с натронной известью.

Приложение 4.

Список институтов, представивших новые методики
в данный сборник

Наименование методики	!	Наименование института
1	!	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/элементы/		" - "

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 карбина, 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 пентахлорacetона и гексахлорacetона	133