

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/1

Москва - 1988

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/1

Москва - 1988

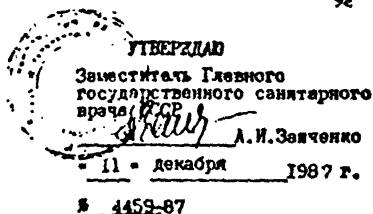
Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и санитарных лабораторий на промышленных предприятиях при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских институтов Министерства здравоохранения СССР и других заинтересованных министерств и ведомств.

Методические указания разрабатываются и утверждаются с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны их предельно-допустимым концентрациям (ПДК) — санитарно-гигиеническим нормативам, утверждаемым Министерством здравоохранения СССР, оценки эффективности внедрения санитарно-гигиенических мероприятий, установления необходимости использования средств индивидуальной защиты органов дыхания, оценки влияния вредных веществ на состояние здоровья работающих и др.

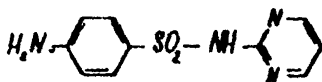
Включенные в данный выпуск методические указания подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-76 "ССБТ. Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования" и ГОСТ 12.1.016-79 "ССБТ. Воздух рабочей зоны. Требования к методам измерения концентраций вредных веществ" и одобрены Проблемной комиссией "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии". Методические указания являются обязательными при осуществлении вышеуказанного контроля.

Ответственные за выпуск: С.И. Муравьева, Г.А. Дьякова, К.М. Грачева,
В.Г. Овечкин.

Настоящие методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.

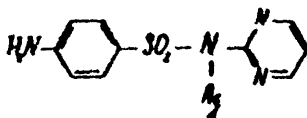


Методические указания
по фотометрическому измерению концентраций
сульфазона, сульфадiazина серебра, уросульфена
в воздухе рабочей зоны



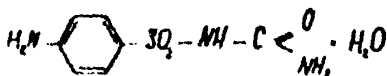
М.м. 250,0

2-(пара-Аминобензолсульфонамидо)-пиримидин-(сульфазон).



М.м. 357,13

2-(пара-Аминобензолсульфонатамидо)-пиримидин серебра-(сульфадiazин серебра).



М.м. 233,22

пара-Амз бензолсульфонилмочевина-(уросульфен).

Физико-химические свойства определяемых веществ

№ п/п	Название вещества	Агрегатное состояние	Тпл. °С	Растворимость	В воздухе или оседает в виде
1	Сульфазин	Белый или беловатый с желтоватым оттенком кристаллический порошок, без запаха	252-256	Нерастворим в воде, мало в спирте, растворяется в р-рах щелочей и мин. кислот	аэрозоль
2.	Сульфадиазин серебра	Белый кристаллический порошок, без запаха	>300	Нерастворим в воде, спирте, ацетоне, эфире, растворяется в р-рах мин. кислот	аэрозоль
3.	Уросульфен	Белый кристаллический порошок, без запаха	151-157	Мало растворим в воде, трудно растворим в спирте, легко - в ацетоне, разлагается в кислых растворах	аэрозоль

Раздражающее действие на кожу не выявлено, на слизистые оболочки глаз - умеренное.

ПДК в воздухе - 1 мг/м^3 .

Характеристика метода

Метод основан на реакции взаимодействия сульфазина, сульфадиазина серебра, уросульфена с резорцином и последующем фотометрической измерении окрашенного продукта реакции при 500 нм. Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр типа АСА.

Нижний предел измерения концентрации вещества в объеме анализируемого раствора 5 мкг.

На низ предел измерения вещества в воздухе $0,5 \text{ мг/м}^3$ (при отборе 50 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций от $0,5$ до 5 мг/м^3 .

Веществом не мешает этанол, спирт.

Относительная погрешность не превышает $\pm 20\%$.

Время выполнения измерения 1 час, включая отбор проб.

Приборы, аппаратура, посуда

Электрофотометр
Аспирационное устройство
Фильтродержатель

Боксы с притупленной крышкой, ГОСТ 7148-70, вместимостью 25 мл.

Пробирки колориметрические, ГОСТ 10515-75, вместимостью 20 мл.
Колбы мерные, ГОСТ 1770-74Е, вместимостью 25 мл и 100 мл.
Пилетки, ГОСТ 20292-74Е, вместимостью 1,2,5 и 10 мл с делениями 0,01, 0,05 и 0,1 мл.

Реактивы, растворы и материалы

Сульфазин ВС 42-1300-83

Сульфадiazин серебра фармацевтический

Уросульфам ГФ X Ст 710-66

Кислота азотная, ГОСТ 4461-77, х.ч. 2н. раствор

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77, х.ч. 3%-ный раствор

Натрий азотистокислый, ГОСТ 4197-74, х.ч. 0,5-ный раствор.

Мочевина, ГОСТ 6691-77, ч.д.а. 40%-ный раствор.

Резорцин, ГОСТ 9945-82, ч.д.а. 1%-ный раствор.

Стандартные растворы сульфазина, уросульфаме $\text{N}^{\circ} 1$ с концентрацией вещества 500 мкг/мл, готовят растворением 0,0500 г вещества в 100 мл 3%-ной соляной кислоты. Растворы устойчивы в течение месяцев.

Стандартный раствор сульфадiazина серебра $\text{N}^{\circ} 1$ с концентрацией вещества 500 мкг/мл, готовят растворением 0,0500 г вещества в 100 мл 2 н. азотной кислоты. Раствор устойчив в течение месяцев.

Стандартные растворы $\text{N}^{\circ} 2$ с концентрацией 50 мкг/мл определяемых веществ готовят путем соответствующего разбавления исходных стандартных растворов. Растворы устойчивы в течение 7 дней.
Фильтры АА-ХА-10.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемом расходом 10 л/мин аспирируют через фильтр АА-ХА-10, помещенный в фильтродержатель. Для измерения 1/2 ПДК следует отобрать 50 л воздуха. Пробы устойчивы в течение 7 дней.

Подготовка к измерению

Градуировочные растворы (устойчивы в течение 1 ч) готовят согласно таблице. 18

Таблица 18

Шкала градуировочных растворов

№ п/п	Стандартные растворы № 2, мг	3%-ный раствор соляной кислоты, мл	Содержание сульфазана и уросульфона в градуировочном растворе, мкг
1	0	2,0	0
2	0,1	1,9	5,0
3	0,2	1,8	10,0
4	0,3	1,7	15,0
5	0,5	1,5	25,0
6	0,7	1,3	35,0
7	1,0	1,0	50,0

Шкала градуировочных растворов

№ п/п	Стандартные растворы № 2, мг	2н. раствор азотной кислоты, мл	3%-ный раствор соляной кислоты, мл	Содержание сульфазана и серебра в градуировочном растворе, мкг
1	0	2,0	Во	0
2	0,1	1,9	все	5,0
3	0,2	1,8	пробирка по I	10,0
4	0,3	1,7		15,0
5	0,5	1,5		25,0
6	0,7	1,3		35,0
7	1,0	1,0		50,0

В подготовленные градуировочные растворы прибавляют 0,5 мл 0,5%-ного раствора нитрата натрия, взбалтывают и оставляют на 5 минут. Избыток азотистой кислоты удаляют прибавлением 1,0 мл 40%-ного раствора мочевины. По окончании реакции нитрата натрия с мочевиной (через 2-3 мин, когда прекратится выделение пузырьков азота) добавляют 0,1 мл 1%-ного раствора резорцина и 5 мл 10%-ного раствора ацетона натрия, перемешивают и через 20 мин. измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 500 нм. Измерения проводят в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм

ам : окиси в растворе сравнения, не содержащему определяемых веществ (раствор № I по табл.).

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс — соответствующие им величины содержания вещества в градуировочном растворе.

Проверке градуировочного графика проводится 1 раз в 3 месяца или в случае использования новой партии реактивов.

Проведение измерения

Салт с отобранной пробой переносят в бюкс (или пробирку). Пробы сульфидов, уросульфидов обрабатывают 10 мл 3%-ной соляной кислоты, а пробы сульфидов серебра соответственно раствором 2н. азотной кислоты и оставляют на 15 минут при периодическом перемешивании.

2 мл раствора переносят в пробирку, обрабатывают аналогично градуировочным растворам и измеряют оптические плотности полученных растворов по сравнению с контролем, который готовят одновременно с аналогично пробе.

Содержание определяемых веществ (в мкг) в анализируемой пробе находят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

Концентрацию определяемых веществ "С" в воздухе (в мкг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot b}{d \cdot V} ; \text{ где}$$

a — содержание вещества в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочному графику, мкг;

b — общий объем раствора пробы, мл;

d — объем раствора пробы, взятый для анализа мл;

V — объем воздуха (в л) отобранный для анализа в приведенный к стандартным условиям.

(См. Приложение I)

ПРИЛОЖЕНИЕ I

Справочное

Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79 (температура 20°C, давление 760 мм рт.ст.) проводят по следующей формуле:

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

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, °C.

Для удобства расчета V следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к температуре 20°C и к давлению 760 мм рт.ст. надо умножить V_t на соответствующий коэффициент.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Справочное

Коэффициент К для приведения объема воздуха к условиям
по ГОСТ 12.1.016-79

°C	Давление Р, кПа (мм рт.ст.)									
	97,33 (730)	97,86 (734)	98,4 (738)	98,93 (742)	99,46 (746)	100 (750)	100,53 (754)	101,06 (758)	101,33 (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	1,1159	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1400	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	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
2	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
6	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
10	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
14	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
18	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	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	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
34	0,9167	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

П Е Р Е Ч Е Н Ь

учреждений, представивших Методические указания
по измерению концентраций вредных веществ в
воздухе."

№ п/п	Наименование вещества	Учреждения, представившие Методические указания
1	2	3
1	аппенатен	НИОПИК, Донецкий медицинский институт
2	3,3-диметилбутанол-2 (пинаколи)	НИИ химии АН УзССР
3	дисульфид	НИИ лекарственных средств
4	1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанол-2	НИИ химии АН УзССР
5	изобутиронитрил	Волгоградская обл. СЭС
6	3-изоцианотолуол	Горьковский НИИ ГТяИЗ
7	красители активные хлортриазиноновые	НИОПИК
8	красители винилсульфоновые	НИОПИК
9	красители дисперсные атрахиноновые	НИОПИК
10	красители триарилметановые	НИОПИК
11	красители фталоцианиновые	НИОПИК
12	крезидин	НИОПИК
13	натрия гидрокарбонат	Донецкий НИИ ГТяИЗ
14	натрий монохлоруксусный	Уфимский НИИ ГТяИЗ
15	натриевая соль полифталоцианина кобальта	Уфимский НИИ ГТяИЗ
16	рибофлавин	НИИ лекарственных средств
17	L-сорбоза	НИИ ГТяИЗ АМН СССР
18	сульфазин, сульфадиазин серебра, уро-сульфан	НИИ лекарственных средств
19	сульфантол	НИИ лекарственных средств
20	1,2,4-триазол	НИИ химии АН УзССР
21	триэтилфосфат	Львовский медицинский институт

1	2	1	2
22	I-хлор-3,3-диметилбутанон-2	НИИ химии АН УзССР	
23	I, 4-хлорфенокси-(3,3-диметилбутанон-2)	НИИ химии АН УзССР	
24	I-хлор(4-хлорфенокси)-3,3-диметил- бутанон-2	НИИ химии АН УзССР	
25	цианамид кальция	Армянский НИИ ГТИБ	

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным
и опубликованным Методическим указаниям

Наименование веществ	Методические указания
I, I, 5-тригидроперфторамилакрилат	МУ на фотометрическое определение фторорганических соединений в воздухе, I., 1981, с. 187 (переизданный сборник МУ, вып. I-5) коэффициент пересчета с фтора I, 88
I, I-дигидроперфторамилакрилат	коэффициент пересчета с фтора I, 78
I, I, 7-тригидроперфторгептилакрилат	коэффициент пересчета с фтора I, 69
I, I-дигидроперфторгептилакрилат	коэффициент пересчета с фтора I, 64

Указатель определяемых веществ

Ацетатен 3

Гидрокарбонат натрия 7

3,3-диметилбутанон-2 12

6,7-диметил-9-(Д-1-рибитил)изоаллоксазин (рибофлагин) 18

Аксульфам 22

1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2(дихлорфеноксипинаколин) 26

Изобутиронитрил 31

3-изоцианотолуол (и-толилизониат) 35

Красители: активные фенилсульфоновые 48

активный красно-фиолетовый 2КТ 44

активные хлортиазиноновые 65

дисперсные антрахиноновые 40

дисперсный прочный желтый 2Ж 44

основные триарилметановые 54

фталоцианиновые 60

Крездин 70

Монохлоруксусный натрия 76

Натриевая соль полифталоцианина кобальта 81

L-сорбоза 86

Сульфадиазин серебра 92

Сульфазин 92

Сульфантрол 97

1,2,4-триазол 101

Триметилфосфат 110

Уросульфам 92

1-хлор-3,3-диметилбутанон-2 115

1-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2 120

1-хлор-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2 120

Цанамид кальция 126

СОДЕРЖАНИЕ

стр.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аценафтена в воздухе рабочей зоны. 3
2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций гидрокарбоната натрия в воздухе рабочей зоны. 7
3. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны. 12
4. Методические указания по флуориметрическому измерению концентрации 6,7-диметил-9-(Д-Г-рибогидрокси)изоаллоксазина (рибофлавина) в воздухе рабочей зоны. 18
5. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций дисульфана в воздухе рабочей зоны. 22
6. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2 (дихлорфеноксиинаколина) в воздухе рабочей зоны. 26
7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изобутиронитрила в воздухе рабочей зоны. 31
8. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3-изоникотинилола (и-толилизоцианата) в воздухе рабочей зоны. 35
9. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций дисперсных антрахиноновых красителей в воздухе рабочей зоны. 40

10. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций красителей активного красно-фиолетового 2КТ и дисперсного прочного желтого 2Ж при совместном присутствии в воздухе рабочей зоны 44
11. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилсульфоновых активных красителей: бордо 4 СТ, желтого 2 КТ, алого 4 ЕТ, желтого светопрочного 2 КТ, красно-фиолетового 2 КТ, красно-коричневого 2 КТ в воздухе рабочей зоны 48
12. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций основных триарилметановых красителей (основного фиолетового К, основного синего К, основного ярко-зеленого сульфата, основного ярко-зеленого оксалата) в воздухе рабочей зоны 54
13. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций водорастворимых фталоцианиновых красителей в воздухе рабочей зоны 60
14. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций активных хлорфазиноновых красителей в воздухе рабочей зоны 65
15. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации крезидина в воздухе рабочей зоны. 70
16. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации монохлоруксусного натрия в воздухе рабочей зоны. 76
17. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций натриевой соли полифталоцианина кобальта в воздухе рабочей зоны 81

18. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций <i>L</i> -сорбози в воздухе рабочей зоны	86
19. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций сульфазина, сульфадиазина серебра, уросульфана в воздухе рабочей зоны	92
20. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций сульфантрола в воздухе рабочей зоны.	97
21. Методические указания по газохроматографическому и хроматографическому измерению концентраций 1,2,4-триазола в воздухе рабочей зоны	101
22. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций триэтилфосфата в воздухе рабочей зоны	110
23. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-хлор-3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны	115
24. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2 и 1-хлор-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны.	120
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации пирамиды кальция в воздухе рабочей зоны	126
Приложение 1	131
Приложение 2	132
Приложение 3	133
Приложение 4	135
Указатель определяемых веществ	136

1. - 47254 от 28.04.88 г. л. 825 Зак. № 1562 Тир 1000

Типография Министерства здравоохранения СССР