

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.

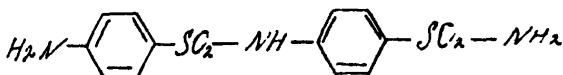
УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР

А.И. Заиченко
А.И. Заиченко

" 11 декабря 1987 г.
№ 4445-87

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ
ДИСУЛЬФАНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ.**



И.м. 327,37

[п - (сульфаниламидо)-бензолсульфамид] - (дисульфан).

Белый, со слегка желтоватым оттенком, мелкокристаллический порошок без запаха. Мало растворим в воде, трудно - в разбавленных минеральных кислотах.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Кожно-резорбтивного и раздражающего действия на кожу и слизистые оболочки глаз не выявлено.

ПДК в воздухе - 1 мг/м³.

Характеристика метода.

Определение основано на измерении светопоглощения растворов дисульфана в этаноле при длине волны 270 нм. Отбор проб проводят с концентрированием на фильтры типа АФА.

Нижний предел измерения концентрации вещества в объеме анализируемого раствора 10 мкг.

Нижний предел измерения вещества в воздухе 0,5 мг/м³
(при отборе 20 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций от 0,5 до 10,0 мг/м³.

Определение избирательно на стадиях сушки, просеивания и фасовки.

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

Время выполнения измерения 30 мин., включая отбор проб 4 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Спектрофотометр

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Пробирки колориметрические с притертыми пробками, ГОСТ 10615-75

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 и 100 мл

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1,2 и 10 мл

Реактивы, растворы и материалы

Дисульфид, ТУ 6-34-161-80

Этиловый спирт, ГОСТ 5963-67

Стандартный раствор № 1 с концентрацией вещества 500 мкг/мл готовят растворением 0,0500 г вещества в 100 мл этанола

Раствор устойчив в течение месяца.

Стандартный раствор № 2 с концентрацией 100 мкг/мл вещества готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 1 этанолом. Раствор устойчив 7 дней.

Фильтры АФА - ВП-10.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 10 л/мин аспирирует через фильтр АФА-ВП-10. Для измерения 1/2 ПДК следует отобрать 20 л воздуха.

Срок хранения отобранных проб 3 суток.

Подготовка к измерению

Градуировочные растворы (устойчивы в течение суток) готовят согласно таблице 5

Таблица 5

Шкала градуировочных растворов

| № стандарт-та | Стандартный раствор № 2, мл | Эталовый спирт | Содержание в-ва в градуировочном растворе мкг | Концентрация вещества в градуировочном растворе мкг/мл |
|---------------|-----------------------------|----------------|---|--|
| 1 | 0 | 10,0 | 0 | 0 |
| 2 | 0,1 | 9,9 | 10 | 1,0 |
| 3 | 0,3 | 9,7 | 30 | 3,0 |
| 4 | 0,6 | 9,4 | 60 | 6,0 |
| 5 | 1,0 | 9,0 | 100 | 10,0 |
| 6 | 1,5 | 8,5 | 150 | 15,0 |
| 7 | 2,0 | 8,0 | 200 | 20,0 |

Подготовленные градуировочные растворы перемешивают и через 5 минут измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 270 нм. Измерение проводят в кюветках с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (раствор № 1 по табл.).

Строят градуировочный график; на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс — соответствующие им концентрации вещества (в мкг/мл) в градуировочном растворе.

Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в 3 месяца.

Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой дисульфана переносят в пробирку, приливают 10 мл воды и оставляют на 10–15 мин, периодически встряхивая для лучшего растворения вещества. Оптическую плотность полученного анализируемого раствора пробы измеряют аналогично градуировочным раствором по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробе.

Количественное определение концентрации вещества в мкг/мл в анализируемой пробе проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

Концентрацию вещества "С" в воздухе (в мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot b}{V} \quad , \text{ где}$$

- а – концентрация вещества в анализируемом растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мкг/мл;
- в – общий объем раствора пробы, мл;
- V – объем воздуха (в л), отобранный для анализа и 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, представив- ! шие Методические указания |
|-------------|--|--|
| 1 ! | 2 | 3 |
| 1 | аппетитен | НИОПИК, Донецкий медицинс- титут |
| 2 | 3,3-диметилбутанол-2 (пинаколин) | НИИ химии АН УзССР |
| 3 | дисульфид | НИИ лексредств |
| 4 | 1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбу- танол-2 | НИИ химии АН УзССР |
| 5 | изобутиронитрил | Волгоградская обл. СЭС |
| 6 | 3-изоцианотолуол | Горьковский НИИ ГТяПЗ |
| 7 | красители активные хлортриазинозные | НИОПИК |
| 8 | красители винилсульфонозные | НИОПИК |
| 9 | красители дисперсные атрахиноновые | НИОПИК |
| 10 | красители триарилметановые | НИОПИК |
| 11 | красители фталоцианиновые | НИОПИК |
| 12 | крезидин | НИОПИК |
| 13 | натрия гидрокарбонат | Донецкий НИИ ГТяПЗ |
| 14 | натрий монохлоруксусный | Уфимский НИИ ГТяПЗ |
| 15 | натриевая соль полифталоцианина кобаль- та | Уфимский НИИ ГТяПЗ |
| 16 | рибофлавин | НИИ лексредств |
| 17 | L-сорбоза | НИИ ГТяПЗ АМН СССР |
| 18 | сульфазин, сульфадиазин серебра, уро- сульфан | НИИ лексредств |
| 19 | сульфантол | НИИ лексредств |
| 20 | 1,2,4-триазол | НИИ химии АН УзССР |
| 21 | триэтилфосфат | Львовский медицинститут |

| 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 ГТИЗ | |

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

Ацетилфен 3

Гидрокарбонат натрия 7

3,3-диметилбутанон-2 12

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

Аксульфен 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

Уросульфен 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-рибозил)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(дихлорфеноксиэпихинолина) 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-изоникотолуола (и-толилisonианата) 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