

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

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

**Выпуск XXII**

**Часть II**

**Москва - 1988**

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

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

**Выпуск XXII**

**Часть II**

**Москва - 1988**

### Аннотация.

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для работников санитарно-эпидемиологических станций и санитарных лабораторий промышленных предприятий 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 разработаны и утверждены с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны к их предельно допустимым концентрациям (ПДК) - санитарно-гигиеническим нормативам, утверждаемым Министерством здравоохранения СССР, оценки эффективности внедренных санитарно-гигиенических мероприятий, установления необходимости использования средств индивидуальной защиты органов дыхания, оценки влияния вредных веществ на состояние здоровья работающих.

Включенные в данный выпуск Методические указания подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-88 "ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны" и ГОСТ 12.1.016-79 "ССБТ. Воздух рабочей зоны. Требования к методам измерения концентрации вредных веществ" и одобрены Проблемной комиссией "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии". Методические указания являются обязательными при осуществлении вышеуказанного контроля.

Редакционная коллегия: Е.К.Прохорова, Л.А.Гребенникова,  
З.В.Зайцева, А.Г.Осипова, Г.А.Дьякова,  
Р.И.Машедонская, В.Г.Овечкин

Методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного  
государственного санитарного

врача



Зайченко

7 г.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОМУ  
ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ СЕЛЕНИДА ЦИНКА В  
ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

*ZnSe*

М.м. I44,33

Цинка селенид - твердое порошкообразное вещество желтого цвета, плотн. 5,26 г/см<sup>3</sup>, т.плавл. 1520°C, растворим в кислотах, практически нерастворим в воде.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Селенид цинка, как и все соединения селена, обладает сходным политропным действием с поражением печени, почек и нервной системы.

ОБУВ 2 мг/м<sup>3</sup>.

Х а р а к т е р и с т и к а   м е т о д а

Метод основан на восстановлении иона цинка на ртутном каплющем катоде в переменнo-токовом режиме с трапециoidalной формой переменного напряжения (для ППТ-I) или квадратно-волнового напряжения (для ПУ-I) на фоне раствора 0,05 М серной кислоты.

Потенциал пика восстановления иона цинка равен -1,09 В относительно хлорсеребряного электрода сравнения.

Отбор пробы с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения концентрации цинка в полярографируемом растворе 0,1 мкг/мл.

Нижний предел измерения селенида цинка в воздухе 0,55 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 20 л).

Диапазон измеряемых концентраций селенида цинка в воздухе от 0,55 до 4,4 мг/м<sup>3</sup>.

Измерению не мешают катионы: меди, свинца, кадмия, железа, и анионы: сульфат, хлорид, фосфат. Мешают никель, цинк и сульфид.

Суммарная погрешность измерения не превышает  $\pm 25\%$ .

Время выполнения измерения примерно час, включая отбор пробы.

#### П р и б о р ы , а п п а р а т у р а , п о с у д а

Полярограф ППТ-1, ПУ-1 или другой марки с ртутным капаящим и хлорсеребряным электродами.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатель, ТУ 95.72.05-77.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 25-1000 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1, 2, 5, 10 мл с делениями.

Стаканы химические, вместимостью 25-100 мл.

Воронки стеклянные химические.

Баня водяная, ТУ 64-423-72.

Реактивы, растворы и материалы  
Цинк гранулированный, ГОСТ 3640-79, ос.ч..

Стандартный раствор №1 с концентрацией цинка 50 мкг/мл готовят растворением навески 0,05 г цинка в 5 мл 1 М раствора соляной кислоты при нагревании, раствор после охлаждения переносят в мерную колбу вместимостью 1 л и до метки доводят раствором 0,05 М серной кислоты. Раствор устойчив примерно год.

Стандартный раствор №2 с концентрацией цинка 1 мкг/мл готовят в день применения разбавлением стандартного раствора №1 в 50 раз раствором 0,05 М серной кислоты.

Кислота серная, ГОСТ 4204-77, х.ч., 0,05 М раствор.

Кислота азотная, ГОСТ 4461-77, х.ч., концентрированная.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77, х.ч., 1 М раствор.

Азот газообразный, ГОСТ 9293-74 (или аргон газообразный, ГОСТ 10157-79), в баллоне с редуктором.

Ртуть, ГОСТ 4658-73.

Этиловый спирт, ГОСТ 5963-67.

Фильтры АФА-ВП-20.

Отбор пробы воздуха  
Воздух с объемным расходом 5-10 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-20 помещенный в фильтродержатель.

Для измерения 0,5 ОБУВ следует отобрать 20 л воздуха.

Отобранные пробы устойчивы длительно.

#### Подготовка к измерению

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

Таблица 36

## Шкала градуировочных растворов

№ раствора	Стандартный раствор № 2, мл	Раствор серной кислоты, мл	Концентрация цинка в градуировочном растворе, мкг/мл
1	0	10,0	0
2	1,0	9,0	0,1
3	2,0	8,0	0,2
4	3,0	7,0	0,3
5	4,0	6,0	0,4
6	5,0	5,0	0,5

Подготовленные градуировочные растворы заливают в электролизер, продувают инертным газом в течение 10 мин и полярографируют. Режим полярографирования переменного тока, поляризация катодная, поляризующее напряжение от  $-0,7$  В до  $-1,3$  В, скорость развертки 2 мВ/с, амплитуда переменного напряжения 8 мВ (или 30 мВ для ПУ-1), скорость диаграммной ленты 720 мм/час, диапазон тока (1-10)×100.

Высоту пика восстановления иона цинка измеряют при потенциале пика, равном  $-1,09$  В.

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения высот пиков, выраженных в мм (или см) на одном диапазоне тока прибора, на ось абсцисс — соответствующие им величины концентраций цинка в градуировочных растворах (в мкг/мл). Проверка градуировочного графика при постоянстве работы капилляра проводится 1 раз в 3 месяца или в случае использования новой партии реактивов.

## Пр о в е д е н и е   и з м е р е н и я

Фильтр с отобранной пробой переносят в стакан, добавляют несколько капель этилового спирта, трижды по 2 мл обрабатывают концентрированной горячей азотной кислотой, сливая жидкость в другой стакан, и промывают многократно водой. Затем фильтр отжимают и удаляют. Все промывные жидкости собирают вместе и выпаривают на водяной бане до влажных солей. Остаток количественно переносят раствором 0,05 М серной кислоты в мерную колбу, объем доводят до 50 мл (раствор пробы).

Количественное определение концентрации цинка в подготовленном растворе пробы определяют по предварительно построенному градуировочному графику или методом добавок. При применении метода градуировочного графика подготовленный раствор пробы заливают в электролизер, продувают инертным газом и полярографируют аналогично градуировочным растворам.

При использовании метода добавок в электролизер заливают точный объем  $V_p$ , например, 10 мл раствора пробы и после удаления кислорода полярографируют аналогично градуировочным растворам. Затем в электролизер к анализируемому раствору пробы добавляют стандартный раствор цинка в таком количестве, чтобы пик восстановления цинка увеличился в 1,5-2 раза при записи полярограммы на этом же диапазоне тока прибора.

## Р а с ч е т   к о н ц е н т р а ц и и

Концентрацию селенида цинка  $C$  в воздухе (в  $\text{мг}/\text{м}^3$ ) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{H_1 \cdot a_{\text{ст}} \cdot V_{\text{ст}} \cdot b \cdot 2,21}{[(H_2 - H_1)V_p + H_2 \cdot V_{\text{ст}}] \cdot V} \quad , \text{ где}$$



- $H_1$  - высота пика анализируемого раствора пробы, мм;
- $H_2$  - суммарная высота пика, полученная после добавления стандартного раствора в анализируемый раствор пробы, мм;
- $A_{ст}$  - концентрация добавленного стандартного раствора цинка, мкг/мл;
- $V_{ст}$  - объем добавленного стандартного раствора цинка, мл;
- $V$  - общий объем анализируемого раствора пробы, мл;
- $2,2I$  - коэффициент пересчета цинка на селенид цинка;
- $V_p$  - объем анализируемого раствора пробы, помещенного в ячейку, 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.);

$t^\circ$  - температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

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  $k$  для приведения объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79

404

°C	Давление P, 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
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	0,9989	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	0,9288	0,9339	0,9891	0,9440	0,9432	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

ПРИЛОЖЕНИЕ 3

ПЕРЕЧЕНЬ ОРГАНИЗАЦИЙ, ПРЕДСТАВИВШИХ МЕТОДИЧЕСКИЕ  
УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ

№ п/п	Методические указания	Организация, представившая методические указания
1.	Фотометрическое измерение аллил-хлорформата в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Горький
2.	Ионометрическое измерение аммиака в воздухе рабочей зоны	НИИФ НПО "Минудобрения" и ВЦНИОТ ВЦСПС, г. Москва
3.	Газохроматографическое измерение алифатических спиртов C <sub>1</sub> -C <sub>8</sub> в воздухе рабочей зоны	НИИГТИПЗ, г. Москва
4.	Газохроматографическое измерение ацетальдегида и винилацетата в воздухе рабочей зоны	НИИГТИПЗ, г. Москва
5.	Газохроматографическое измерение бензилового спирта, бензиацетата и бензальдегида в воздухе рабочей зоны	Областная СЭС, г. Иваново
6.	Фотометрическое измерение бензоата моноэтаноламина (ингибитора БМЭА) в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Киев
7.	Газохроматографическое измерение бензола, толуола и п-ксилола в воздухе	ВЦНИОТ ВЦСПС, г. Москва
8.	Газохроматографическое измерение бензина и этилацетата в воздухе рабочей зоны с применением пассивных дозиметров	НИИГТИПЗ, г. Москва
9.	Измерение 3,4-бензпирена методом жидкостной хроматографии в воздухе рабочей зоны	НИИГТИПЗ, г. Москва

Продолжение

№ п/п	Методические указания	Организация, представившая методические указания
10.	Фотометрическое измерение ванадия и его соединений в воздухе рабочей зоны	ВНИИОТ ВЦСПС, г.Москва и ВНИИТБчермет, г.Челябинск
11.	Газохроматографическое измерение винилфосфата в воздухе рабочей зоны	ВНИИХСЭР, г.Москва
12.	Фотометрическое измерение гексабромбензола в воздухе рабочей зоны	ВНИИГИНТОКС, г.Киев
13.	Хроматографическое измерение гексаметилендиамина в воздухе рабочей зоны	НИИГТИПЗ, г.Тбилиси
14.	Хроматографическое измерение гексаметилендиаммонийсебацината в воздухе рабочей зоны	НИИГТИПЗ, г.Тбилиси
15.	Фотометрическое измерение диборана в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
16.	Газохроматографическое измерение диизопропилфосфита в воздухе рабочей зоны	ВНИИХСЭР, г.Москва
17.	Измерение диизопропилфосфата аммония методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны	Медицинский институт, г.Львов
18.	Фотометрическое измерение дихлоркарбонновых кислот в воздухе рабочей зоны	Областная СЭС, г.Караганда
19.	Газохроматографическое измерение 0,0-диметил-2,2-дихлорвинилфосфата (дихлорфос, ДДВФ) в воздухе рабочей зоны	НИИГТИПЗ, г.Москва
20.	Фотометрическое измерение диамта-5 в воздухе рабочей зоны	Областная СЭС, г.Караганда

	Продолжение
п/п	Организация, представившая методические указания
21.	ВНИИ гербицидов и регуляторов роста растений, г.Уфа
22.	Университет Друбы народов им.П.Лумумбы, г.Москва
23.	Филиал НИХФИ, Московская обл., Купавина
24.	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Горький
25.	НИИГТИПЗ, г.Москва
26.	Филиал ГосНИИХлорпроект, г.Киев
27.	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Киев
28.	Медицинский институт, г.Рига
29.	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Киев
30.	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Киев

Продолжение

№ п/п	Методические указания	Организация, представившая методические указания
31.	Полярнографическое измерение оксида индия в воздухе рабочей зоны	Первый Московский медицинский институт им.Сеченова
32.	Измерение сульфата калия, калийной магнезии, и хлорида калия методом пламенной фотометрии в воздухе	Первый Московский медицинский институт им.Сеченова
33.	Фотометрическое измерение карбонидов П4 и П3 в воздухе рабочей зоны	Белорусский ГИСанитарно-гигиенический институт, г.Минск
34.	Фотометрическое измерение лизина в воздухе рабочей зоны	ВНИИбиотехника, г.Москва
35.	Атомно-абсорбционное измерение лиминофора ФЛД-605 в воздухе рабочей зоны	ВНИИлюминофоров, г.Ставрополь
36.	Фотометрическое измерение метилморфолиноксида в воздухе рабочей зоны	НИИГТяПЗ, г.Москва
37.	Фотометрическое измерение мафенида ацетата в воздухе рабочей зоны	Купавинский филиал. НИИОИ, Московская обл.
38.	Фотометрическое измерение N-нитробензолхлорида в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Харьков
39.	Фотометрическое измерение 1,2-пропиленгликоля в воздухе рабочей зоны	НИИГТяПЗ, г.Москва
40.	Газохроматографическое измерение изо-пропилового, н-бутилового и дицетилового спиртов в воздухе рабочей зоны	ВНИИОТ ВАСП, г.Москва
41.	Газохроматографическое измерение изо-пропилового спирта и диизо-пропилового эфира в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Сумгаит

№ п/п	Методические указания	Продолжение
42.	Газохроматографическое измерение ПМШ (перхлор-4-метилениклопен-тен) в воздухе рабочей зоны	Организация, представившая методические указания ВНИТИ гербицидов и регулято- ров роста растений, г.Уфа
43.	Измерение рицида П методом тонко- слойной хроматографии в воздухе рабочей зоны	Медицинский институт, г.Львов
44.	Газохроматографическое измерение рицида П в воздухе рабочей зоны	ВНИИЭСР, г.Москва
45.	Атомно-абсорбционное измерение неорганических соединений ртути в воздухе рабочей зоны	ЦОЛИУВ, г.Москва
46.	Атомно-абсорбционное измерение серебра и его соединений в воз- духе рабочей зоны	ЦОЛИУВ, г.Москва
47.	Газохроматографическое измерение субациновой кислоты в воздухе рабочей зоны	НИИТыпЭ, г.Тбилиси
48.	Фотометрическое измерение суль- фалена в воздухе рабочей зоны	Филиал ВНИИФИ, Московская обл., Купавна
49.	Полярнографическое измерение се- ленида цинка в воздухе рабочей зоны	Государственный Университет г. Москва.
50.	Атомно-абсорбционное измерение термолюминофора Т-440 в воздухе рабочей зоны	ВНИИлюминофоров, г.Ставрополь
51.	Газохроматографические измерения $\Delta^1$ -тетрагидрофталевое ангидрида, $N$ -оксиметилтетрагидрофталмида в воздухе рабочей зоны	Университет Дружбы народов им.П.Лушумбы, г.Москва
52.	Титриметрическое измерение тио- сульфата аммония в воздухе рабо- чей зоны	НИИ общей гигиены и профза- болеваний, г.Ереван



Продолжение

п/п <u>Методические указания</u>	Организация, представляющая <u>методические указания</u>
53. Измерение трициклогексилдиолово-гидроксида методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны	Филиал ВНИИ гигиены и токсикологии пестицидов, полимеров и пластических масс, г. Брест
54. Измерение трициклогексилдиоловохлорида и диниклогексилдиоловооксида методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны	" " "
55. Фотометрическое измерение титра ЗСР в воздухе рабочей зоны	НИИ резины, г. Москва
56. Фотометрическое измерение формальдегида в воздухе рабочей зоны	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г. Москва
57. Фотометрическое измерение формальдегида и метанола в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г. Донецк и НИИ гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана, Московская область
58. Газохроматографическое измерение продуктов термодеструкции фенол-оформальдегидных смол (метанола, бензола, толуола, м-ксилола, фенола, о-ип-крезолов, 2,4- и 2,6-ксиленолов) в воздухе рабочей зоны	ВНИИОТ, г. Свердловск
59. Газохроматографическое измерение хлористого цетила и этила в воздухе рабочей зоны	Химзавод, г. Данков
60. Спектрографическое измерение хлорплатината аммония и хлорпалладозаминна в воздухе рабочей зоны	ПОЛИУВ, Москва
61. Газохроматографическое измерение никлогексанона и циклогексанола в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены им. Ф.Ф. Эрисмана, Московская область

Продолжение

п/п	Методические указания	Организация, представившая методические указания
62.	Газохроматографическое измерение циклогексанола и метилизобутилкетона в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены им.Ф.Ф.Эрисмана, Московская обл.
63.	Фотометрическое измерение эритромицина в воздухе рабочей зоны	ВНИИ антибиотиков, г.Москва
64.	Фотометрическое измерение этилендиамина и полиэтиленполиаминов в воздухе рабочей зоны	НИИ гигиены труда и профзаболеваний, г.Донецк
65.	Газохроматографическое измерение эпихлоргидрина в воздухе рабочей зоны	ВЦНИИОТ ВЦСПС, г.Москва
66.	Газохроматографическое измерение этилцеллозольва в воздухе рабочей зоны	НИИГТИПЗ, г.Москва
67.	Газохроматографическое измерение ЭФ-2 (3,3-дихлорбенцикло /2,2,1/-гепт-5ен-2спиро/2(4-5-дихлор-4 циклопентен 1-3-дион/ в воздухе рабочей зоны	ВНИИ гербицидов и регуляторов роста растений, г.Уфа
68.	Фотометрическое измерение β-аланина в воздухе рабочей зоны	НИИ ГТИПЗ, г.Москва