

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 методикам 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

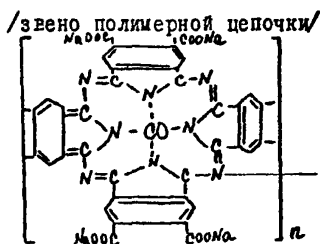
"11" декабря 1987г.

№ 4457-87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
НАТРИЕВОЙ СОЛИ ПОЛИФТАЛОЦИАНИНА КОБАЛЬТА В ВОЗДУХЕ

Структурная формула



Натриевая соль полифталоцианина кобальта представляет собой сыпучее кристаллическое вещество черного цвета, плотность ρ_4^{20} 1,20–1,42 г/см³. Слабо растворим в хлорнафталине, диметилформамиде, растворим в концентрированной серной кислоте, пептизируется в растворе щелочью, давая коллоидные растворы.

В воздухе находится в виде аэрозолей.

Натриевая соль полифталоцианина кобальта относится к малотоксичным соединениям при различных путях поступления в организм. Обладает слабой фиброгенной активностью.

ПДК в воздухе 5 мг/м³.

Характеристика метода

Метод основан на измерении оптической плотности окрашенного раствора натриевой соли полифталоманина кобальта в концентрированной серной кислоте при длине волны 680 нм. Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр АФА-ВП-20.

Нижний предел измерения концентрации в фотометрируемом растворе составляет 5 мкг/мл.

Нижний предел измерения в воздухе 2,5 мг/м³ (при отборе 20 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций от 2,5 до 40 мг/м³.

Измерению не мешают пиромеллитовый диангидрид, мочевины, хлорид аммония.

Суточная погрешность не превышает ±5%.

Время выполнения измерения 25-30 минут (включая отбор пробы)

Приборы, аппаратура, посуда

Спектрофотометр СФ-26.

Весы лабораторные, аналитические, тип АДВ-200, ГОСТ 24101-80Б.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Пробирки градуированные с делениями пришлифованными
шпобками, высотой 100 мм, внутренним диаметром 17 мм, ГОСТ 10575-75.

Колбы плоскодонные, вместимость 50 мл, ГОСТ 1770-74.

Пипетки, вместимость 1, 2, 5, 10 мл, ГОСТ 20292-74.

Баня водяная.

Реактивы, растворы и материалы

Натриевая соль полигидроталочиианина кобальта по ТУ 38.40152.95.

Серная кислота по ГОСТ 4204-77, хч., концентрированная.

Стандартный раствор № 1 натриевой соли полигидроталочиианина кобальта в концентрированной серной кислоте /при нагревании на водяной бане/ готовят общепринятым методом и вычисляют содержание вещества в 1 мл полученного раствора. Раствор устойчив в течение 15 суток.

Стандартный раствор № 2 с концентрацией 500 мкг/мл готовят путем соответствующего разбавления концентрированной серной кислотой раствора № 1. Раствор устойчив в течение 10 суток.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 5 л/мин аспирируют через фильтр АЭА-ВП-20, закрепленный в фильтродержатель. После отбора пробы фильтр осторожно вынимают из фильтродержателя за выступы, освобождают от защитных колец, пинцетом сворачивают вдвое /осадком внутрь/ и помещают в пакет.

Для измерения 1/2 ВДК следует отобрать 20 л воздуха.

Срок хранения отобранных проб 15 суток.

Подготовка к измерению

Для построения градуировочного графика готовят градуировочные растворы /устойчивы в течение 5 суток/ согласно таблице. Доводят объем градуировочных растворов до 10 мл концентрированной серной кислотой и нагревают на кипящей водяной бане в течение 15 минут. После полного растворения продукта образуется раствор зеленого цвета. Полученные растворы охлаждают и фотометри-

фужет в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества /раствор № I по таблице 17

Таблица 17

Шкала градуировочных растворов			
Э стандарта	Стандартный раст- вор № 2, мл	Серная кислота, мл	Содержание веществ- ва в градуировочном растворе, мкг
1	0,00	10,00	0
2	0,10	9,90	50
3	0,20	9,80	100
4	0,40	9,60	200
5	0,60	9,40	400
6	0,80	9,20	600
7	1,60	8,40	800

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс - соответствующие им величины содержания вещества в градуировочном растворе /в мкг/. Построение градуировочного графика необходимо проводить не менее чем по 6 точкам, проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации шкалы.

Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в 6 месяцев.

Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой вынимает из пакета и осторожно кюветами переносит в стакан. Стеклой палочкой разворачивает фильтр осадком наружу, обрабатывает 10 мл концентрированной серной кислоты и нагревает на кипящей водяной бане в течение 15 ми-

нут. После охлаждения фильтр отжимают стеклянной палочкой и переносят раствор в пробирку.

Оптическую плотность полученного анализируемого раствора пробы измеряют аналогично градуировочным растворам. В качестве раствора сравнения применяют раствор концентрированной серной кислоты, полученный при обработке контрольного фильтра АЗА-ВП-20.

Количественное определение содержания /в мкг/ вещества в анализируемом объеме раствора пробы проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

Концентрацию вещества C в воздухе /в $\text{мг}/\text{м}^3$ / вычисляют по формуле:

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

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

b - общий объем раствора пробы, мл;

b - объем раствора пробы, взятый для анализа, 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, °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 К для приведения объема воздуха к условиям
по ГОСТ 12.1.016-79

°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
+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
+22	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+26	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+30	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+34	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+38	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+42	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+46	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+50	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+54	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	аэнафтен	НИОПИК, Донецкий медицинский институт
2	3,3-диметилбутанол-2 (пинаколин)	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 ГТИПЗ
7	красители активные хлортриазинозные	НИОПИК
8	красители винилсульфонозные	НИОПИК
9	красители дисперсные автрахиноновые	НИОПИК
10	красители триарилметановые	НИОПИК
11	красители фталоцианиновые	НИОПИК
12	крезидин	НИОПИК
13	натрия гидрокарбонат	Донецкий НИИ ГТИПЗ
14	натрий монохлоруксусный	Уфимский НИИ ГТИПЗ
15	натриевая соль полифталоцианина кобальта	Уфимский НИИ ГТИПЗ
16	рибофлавин	НИИ лекарственных средств
17	L-сорбоза	НИИ ГТИПЗ АМН СССР
18	сульфазин, сульфадиазин серебра, уросульфид	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

- Асфальт 3
 Гидрокарбонат натрия 7
 3,3-диметилбутанон-2 12
 6,7-диметил-9-(Д-Г-рибитил)изоаллоксазин (рибофлагин) 18
 Аскульфан 22
 1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2(дихлорфеноксипинаколин) 26
 Изобутиронитрил 31
 3-изоцианотолуол (м-толилизотиоцианат) 35
 Красители: активные фенилсульфоновые 48
 активный красно-фиолетовый 2К1 44
 активные хлортиазиноновые 65
 дисперсные антрахиноновые 40
 дисперсный прочный желтый 2К 44
 основные триарилметановые 54
 фталоцианиновые 60
 Крезидин 70
 Монохлоруксусный натрия 76
 Натриевая соль полифталоцианина кобальта 81
 L-сорбоза 86
 Сульфадиазин серебра 92
 Сульфазин 92
 Сульфантрол 97
 1,2,4-триазол 101
 Триэтилфосфат 110
 Уросульфан 92
 1-хлор-3,3-диметилбутанон-2 15
 1-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2 120
 1-хлор-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2 120
 Цианамид кальция 126

СО Д Е Р Ж А Н И Е

стр.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аценафта 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-рибитил)изоаллоксазина (рибофлавина) в воздухе рабочей зоны. 18
5. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций дисульфиана в воздухе рабочей зоны. 22
6. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2(дихлорфеноксининаколина) 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-изоцианотолуола (и-толилизонианата) 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 2К 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 концентрации 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	120
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации пинацида кальция в воздухе рабочей зоны	126
Приложение 1	131
Приложение 2	132
Приложение 3	133
Приложение 4	135
Указатель определяемых веществ	136