

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

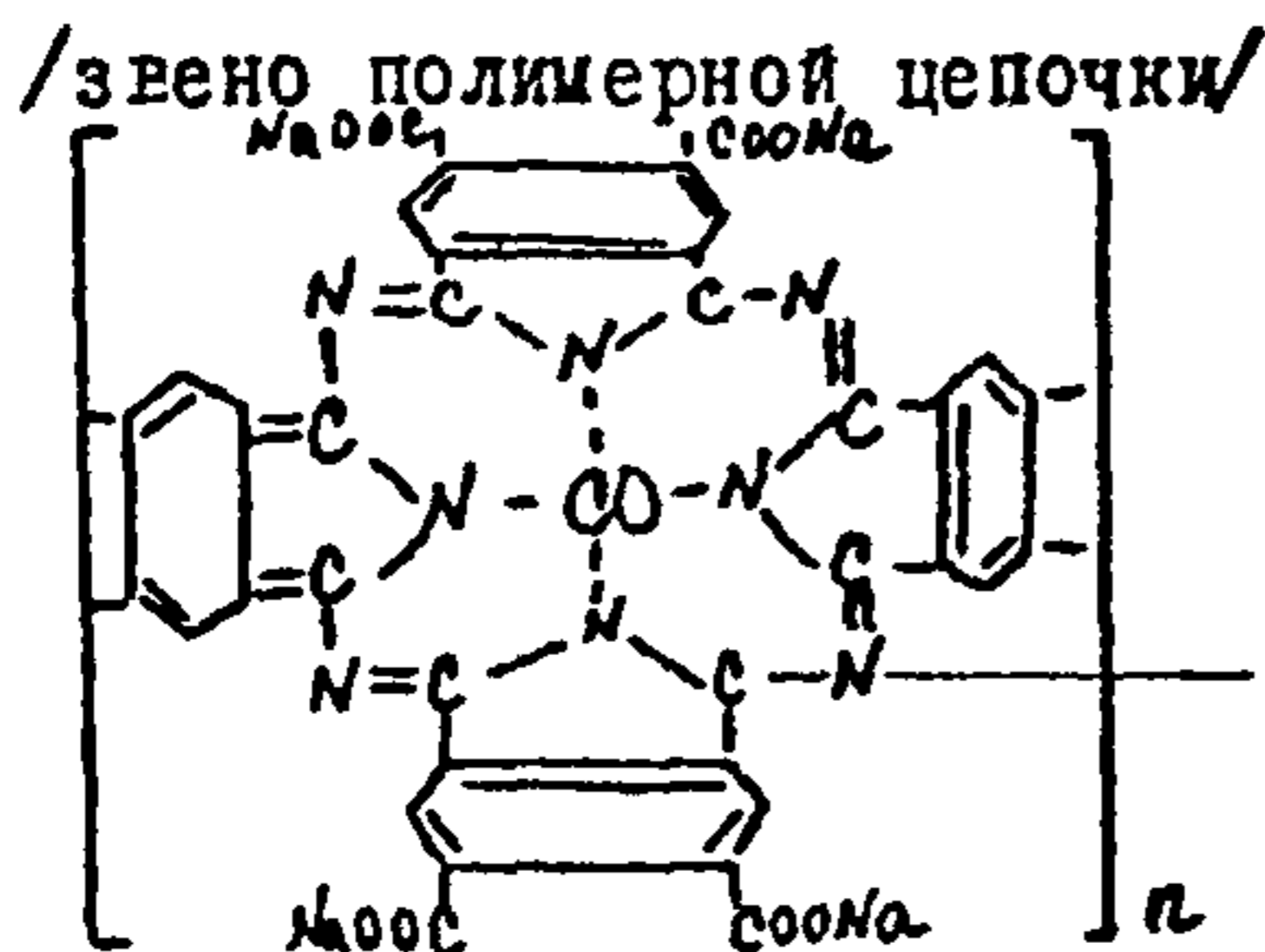
"11" декабря 1987г.

№ 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 d_4^{20} 1,20–1,42 г/см³. Слабо растворим в хлорнафталине, диметилформамиде, растворим в концентрированной серной кислоте, пептизируется в растворе щелочи, 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 пироеллитовый диангидрид, мочевины, хлорид аммония.

Суммарная погрешность не превышает ±15%.

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

Приборы, аппаратура, посуда

Спектрофотометр СФ-26.

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

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

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

Колбы плоскодонные, вместимостью 50 мл, ГОСТ 1770-75.

Пипетки, вместимостью 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 АФА-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-

фурт в кюветках с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества /раствор № 1 по таблице 17

Таблица 17

| Шкала градуировочных растворов | | | |
|--------------------------------|-----------------------------|--------------------|--|
| Э стандарта | Стандартный раствор № 2, мл | Серная кислота, мл | Содержание вещества 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 щипцами переносят в стакан. Стеклой палочкой разворачивают фильтр осадком наружу, обрабатывают 10 мл концентрированной серной кислоты и нагревают на кипящей водяной бане в течение 15 ми-

нут. После охлаждения фильтр отжимает 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 АЭА-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 мг/м³/ вычисляют по формуле:

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

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

v – 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

| t, °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 | 0,999 | 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 | 0,9655 | 0,9605 | 0,9657 | 0,9708 | 0,9734 | 0,9785 |
| +30 | 0,9288 | 0,9339 | 0,9391 | 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 |

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 | аценафтен | 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 хлортриазиновые | НИОПИК |
| 8 | красители винилсульфоновые | НИОПИК |
| 9 | красители дисперсные антрахиноновые | 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, сульфадiazин серебра, уросульфидан | НИИ лекарственных средств |
| 19 | сульфантрол | НИИ лекарственных средств |
| 20 | 1,2,4-триазол | НИИ химии АН УзССР |
| 21 | триэтилфосфат | Львовский медицинский институт |

| 1 | 2 | ! | 3 |
|----|---|---|--------------------|
| 22 | 1-хлор-3,3-диметилбутанон-2 | | НИИ химии АН УзССР |
| 23 | 1,4-хлорфенокси-(3,3-диметилбутанон-2) | | НИИ химии АН УзССР |
| 24 | 1-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

| <u>Наименование веществ</u> | <u>Методические указания</u> |
|--------------------------------------|--|
| I, I, 5-тригидроперфторамилакрилат | МУ на фотометрическое определение фторорганических соединений в воздухе, М., 1981, с. 187 (переизданный сборник МУ, вып. I-5) коэффициент пересчета с фтора 1,88 |
| I, I-дигидроперфторамилакрилат | коэффициент пересчета с фтора 1,78 |
| I, I, 7-тригидроперфторгептилакрилат | коэффициент пересчета с фтора 1,69 |
| I, I-дигидроперфторгептилакрилат | коэффициент пересчета с фтора 1,64 |

Указатель определяемых веществ

- Ацнафтен 3
 Гидрокарбонат натрия 7
 3,3-диметилбутанон-2 12
 6,7-диметил-9-(Д-Г-рибитил)изоаллоксазин (рибофлавин) 18
 Дисульфид 22
 1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2(дихлорфеноксипинаколин) 26
 Изобутиронитрил 31
 3-изоцианотолуол (м-толилизотиоцианат) 35
 Красители: активные синилсульфоновые 48
 активный красно-фиолетовый 2КТ 44
 активные хлортиазиноновые 65
 дисперсные антрахиноновые 40
 дисперсный прочный желтый 2Х 44
 основные триариметановые 54
 фталоцианиновые 60
 Крезидин 70
 Моноклоруксусный натрий 76
 Натриевая соль полифталоцианина кобальта 81
 L-сорбоза 86
 Сульфадиазин серебра 92
 Сульфазин 92
 Сульфантрол 97
 1,2,4-триазол 101
 Триэтилфосфат 110
 Уросульфид 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
 Цананид кальция 126

СОДЕРЖАНИЕ

| | 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)изоаллоксамина (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(дихлорфеноксипинаколик) 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 (м-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 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 хлорфазиновых 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 моноклоруксусного 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 L-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 концентрация 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-хлорфеноксид)-3,3-диметилбутанона-2 и 1-хлор-(4-хлорфеноксид)-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 22.04.22 г. л. 225 Зак. № 1562 Тир 1000