

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 Государствен-
ного санитарного врача СССР
А.И. Заиченко

" 11 " декабря 1987 г.

№ 4452-87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ОСНОВ-
НЫХ ТРИАРИЛМЕТАНОВЫХ КРАСИТЕЛЕЙ (ОСНОВНОГО ФИОЛЕТОВОГО К,
ОСНОВНОГО СИНЕГО К, ОСНОВНОГО ЯРКО-ЗЕЛЕННОГО СУЛЬФАТА, ОС-
НОВНОГО ЯРКО-ЗЕЛЕННОГО ОКСАЛАТА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Краткая характеристика физико-химических свойств красите-
лей представлена в таблице.

Основные триарилметановые красители - аллергены, облада-
ют раздражающим местным действием.

ПДК - 0,2 мг/м³.

ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Определение основано на измерении оптической плотности рас-
творов основных триарилметановых красителей в 50% водном этано-
ле на длине волны:

основного фиолетового К - 585 нм;

основного синего К - 590 нм;

основного ярко-зеленого сульфата - 640 нм;

основного ярко-зеленого оксалата - 640 нм;

Отбор проб проводят с концентрированием.

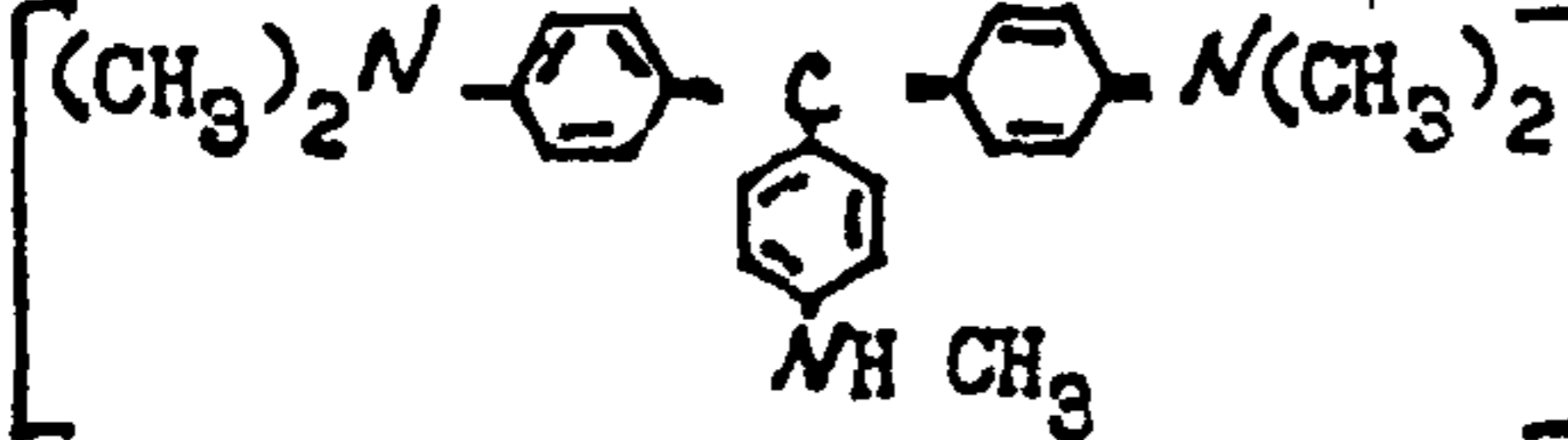
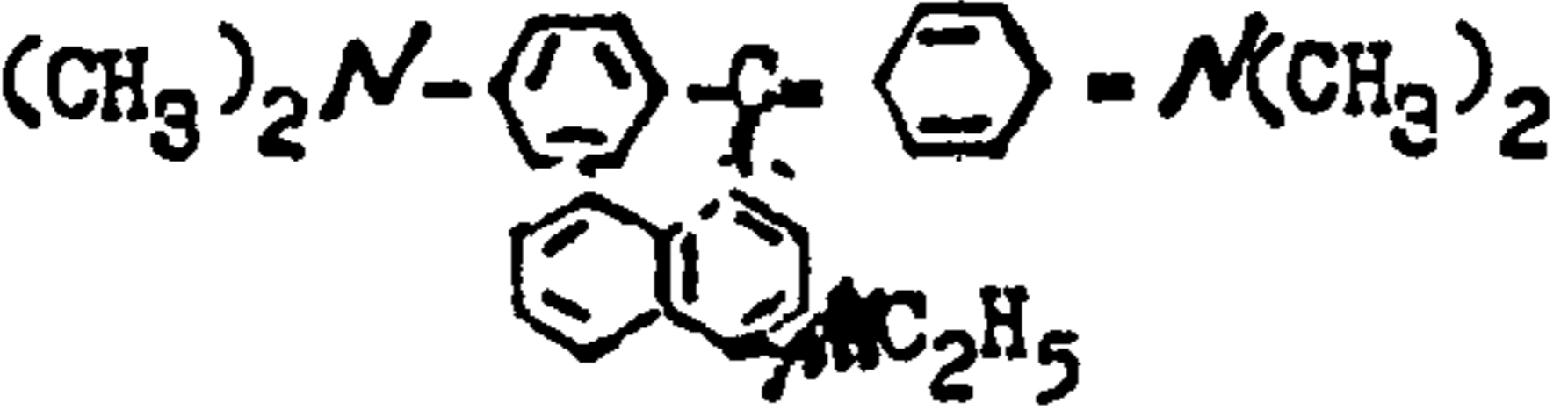
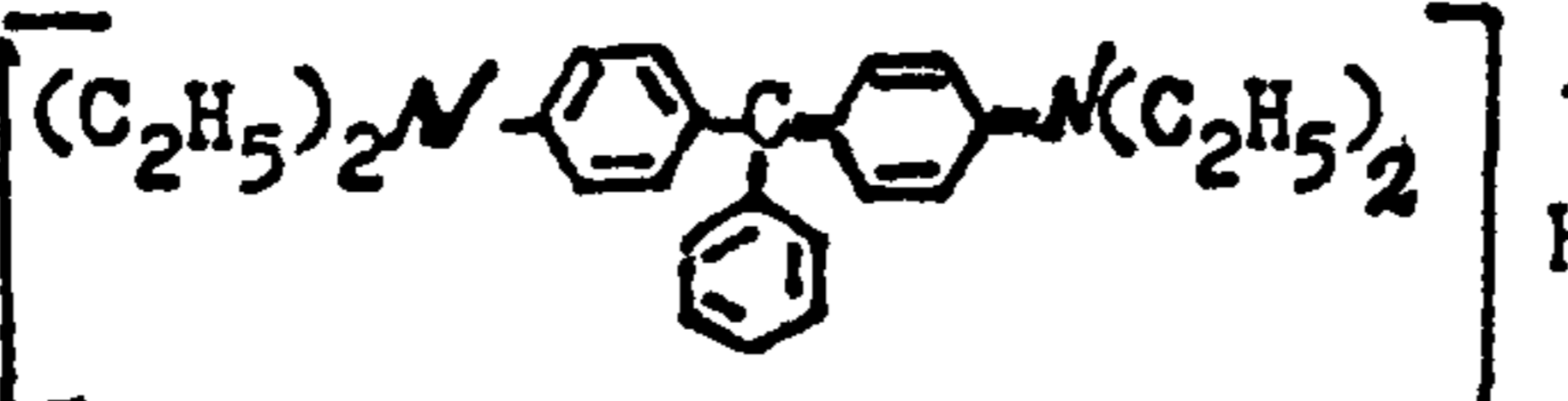

Нижний предел измерения содержания красителей 0,2 мкг/мл.

Нижний предел измерения концентрации красителей в воздухе
0,1 мг/м³ (при отборе 40 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций от 0,1 до 3,2 мг/м³.

Таблица II

Физико-химические свойства красителей

Краситель х)	Структурная формула	Агрег. сост. в воздухе	М.м.	Плотность, г/см ³	Растворимость
Основной фиолетовый К		аэрозоль Cl ⁻	393,96	1,181	вода, спирты, кислоты
Основной синий К		аэрозоль Cl ⁻	457,5	1,202	—
Основной ярко-зеленый сульфат		аэрозоль HSO ₄ ⁻ · H ₂ O	500,66	1,254	—
Основной ярко-зеленый оксалат		аэрозоль HC ₂ O ₄ ⁻ · H ₂ O	492,62	1,233	вода плохо, спирты, кислоты

солеобразные красители температуры плавления и температуры кипения не имеют

Измерению не мешают этил- α -нафтиламин, диметиланилин, диэтиланилин, бензальдегид, тетраметилдиаминобензофенон.

Суммарная погрешность не превышает $\pm 15\%$.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, около 1 часа.

ПРИБОРЫ, АППАРАТУРА, ПОСУДА

Спектрофотометр

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 50 и 100 мл.

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

Пробирки градуированные с притертыми пробками на 10 мл, ГОСТ 1770-74.

Воронки стеклянные, ГОСТ 19908-80.

Аспирационное устройство.

Фильтры АФА-ВП-20.

Фильтродержатели.

Секундомер.

РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Трифенилметановые красители:

основной фиолетовый К ТУ 6-14-19-460-82, ГОСТ 22698-77;

основной синий К ТУ 6-14-19-436-85;

основной ярко-зеленый сульфат ТУ 6-14-1008-85;

основной ярко-зеленый оксалат ТУ 6-14-91-85.

Спирт этиловый, ГОСТ 5963-67.

Стандартные растворы красителей № 1 с содержанием 0,1 мг/мл в 50% водном этаноле готовят растворением 10 мг красителя в 100 мл 50% водного этанола.

Стандартные растворы красителей № 2, содержащие 10 мкг/мл, готовят соответствующим разведением раствора № 1.

Растворы устойчивы в течение 1 дня.

ОТБОР ПРОБЫ ВОЗДУХА

Воздух с объемным расходом 5 л/мин аспирирует через фильтр АФА-ВП-20, закрепленный в фильтродержателе. Для измерения 1/2 ПДК следует отобрать 40 л воздуха.

Пробы могут сохраняться в эксикаторе в течение 1 часа.

ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

Градуйровочные растворы с содержанием красителей от 0,2 до 0,64 мкг/мл готовят соответствующим разведением стандартного раствора № 2 50% водным этанолом. Градуйровочные растворы готовят согласно табл. Градуйровочные растворы устойчивы в течение 12 часов.

Таблица 12

Шкала градуировочных растворов

№ п/п	Стандартный раствор № 2, мл	50% водный этанол, мл	Содержание красителя в градуировочном растворе, мкг/мл
1	0	20	0
2	0,4	19,6	0,2
3	0,8	19,2	0,4
4	1,6	18,4	0,8
5	3,2	16,8	0,16
6	6,4	13,6	0,32
7	12,8	7,2	0,64

Подготовленные градуировочные растворы перемешивают и через 5 минут измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны: основного фиолетового К - 585 нм; основного синего К - 590 нм; основного ярко-зеленого сульфата - 640 нм; основного ярко-зеленого оксалата - 640 нм. Измерение проводят в кюветках с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого красителя (раствор I по таблице 12).

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс - соответствующие им содержания красителей (в мкг) в градуировочном растворе.

ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Фильтр с отобранной пробой переносят в химический стаканчик, в течение 5 минут обрабатывают дважды по 10 мл 50% водного этанола. Экстракты сливают вместе. Для анализа берут 4 мл пробы и помещают в кварцевую кюветку с толщиной поглощающего слоя 10 мм, закрывают крышкой и измеряют оптическую плотность при длине волны: основного фиолетового К - 585 нм; основного синего К - 590 нм; основного ярко-зеленого сульфата - 640 нм; основного ярко-зеленого оксалата - 640 нм.

Контрольным раствором служит синий с чистого фильтра АФА-ВП-20 50% водным этанолом.

Количественное определение содержания красителей (в мкг) в анализируемой пробе проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ

Концентрация красителей "С" в воздухе (в мг/м³) вычисляют по формуле:

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

- а - содержание красителей в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочному графику, мкг;
- в - общий объем раствора пробы, мл;
- б - объем раствора пробы, взятый для анализа, мл;
- V - объем воздуха (в л), отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (см. приложения 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
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 ГТИПЗ

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 синилсульфонозные 48
 активный красно-фиолетовый 2КТ 44
 активные хлортиазинозные 65
 дисперсные антрахиноновые 40
 дисперсный прочный желтый 2Х 44
 основные триариметановые 54
 фталоцианиновые 60
 Крездин 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(дихлорфеноксипинаколика) 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-толилизотианата) 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 красного-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 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 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 Тип 1000