

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.

У Т В Е Р Ж Д А К

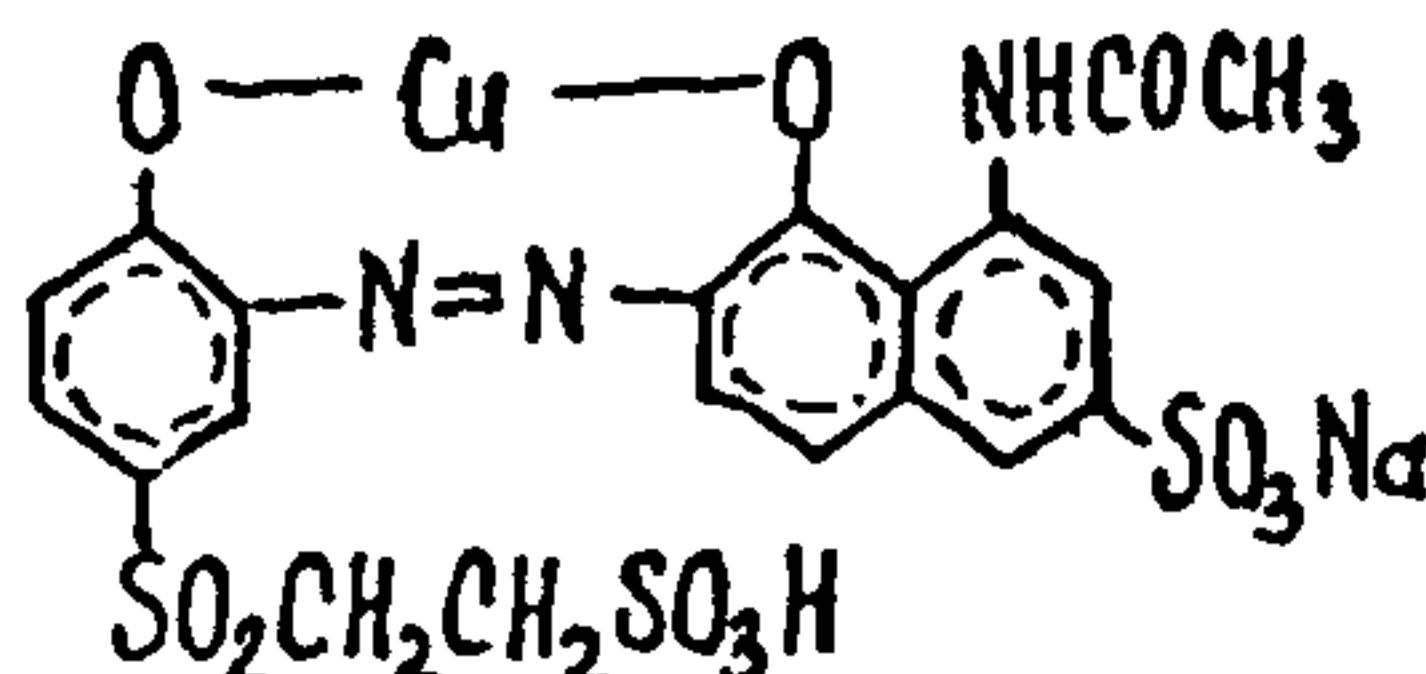
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР


А.И. Заиченко
11 декабря 1987 г.

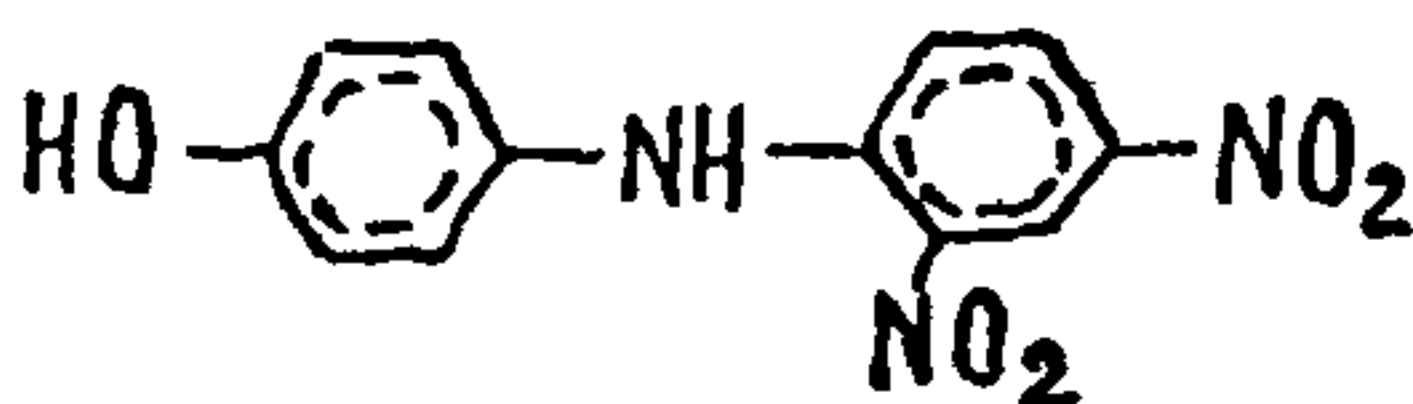
№ 4450-87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ
КОНЦЕНТРАЦИИ КРАСИТЕЛЕЙ АКТИВНОГО КРАСНО-ФИОЛЕТОВОГО
2КТ И ДИСПЕРСНОГО ПРОЧНОГО ЖЕЛТОГО 2К ПРИ СОВМЕСТНОМ
ПРИСУТСТВИИ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Активный красно-фиоле-
товый 2КТ



Дисперсный прочный
желтый 2К



Красители представляют собой твёрдые кристаллические вещества, выпускающиеся в виде порошков. При температурах выше 120°C начинается беспламенное разложение красителей. Растворимы в диметилформамиде, пиридине. Растворимость в воде активного красно-фиолетового 2КТ не менее 80 г/л, Дисперсный прочный желтый 2К частично растворим в воде.

Красители действуют на нервную систему, обладают умеренно раздражающим действием на кожные покровы.

ПДК - 2 мг/м³.

Характеристика метода.

Метод основан на измерении оптической плотности красителей при соответствующих длинах волн в растворе 0,1н NaOH: для активного красно-фиолетового 2КТ - 540 нм, для дисперсного прочного желтого 2К - 370 нм. Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения концентраций веществ в воздухе составляет 1,0 мг/м³ /при отборе 20 л воздуха/.

Нижний предел измерения концентраций веществ в анализируемом растворе составляет 1,0 мкг/мл.

Диапазон измеряемых концентраций от 1,0 до 10 мг/м³.

измерения не мешают окислы азота, сернистые соединения, аммиак, уксусная кислота. Определению мешают другие красители, имеющие максимальное поглощение при тех же длинах волн, что и определяемые красители, например активный ярко-фиолетовый 4КТ, активный красно-коричневый 2 КТ.

Суммарная погрешность измерения не превышает $\pm 10\%$.

Время выполнения измерения 40 мин., включая отбор пробы.

Приборы, аппаратура, посуда.

Спектрофотометр.

Аспирационное устройство.

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

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

Стаканы химические, ГОСТ 20289-74, вместимостью 50 мл.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, вместимостью 10 мл.

Фильтродержатели.

Реактивы, растворы и материалы.

Краситель активный красно-фиолетовый 2КТ, ТУ 6-14-50-81.

Краситель дисперсный прчный желтый 2К, ТУ 17650-72.

Натрия гидроксид, 0,1 н раствор, х.ч., ГОСТ 4328-77.

Фильтры АФА-ВН-20.

Стандартный раствор №1 с содержанием красителя 1 мг/мл готовят растворением навески 0,1 г красителя в 100 мл 0,1 н NaOH , применяют свежеприготовленный раствор.

Стандартный раствор №2 с содержанием 20 мкг/мл красителя готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора №1 0,1 н раствором NaOH и применяют свежеприготовленным.

Отбор пробы воздуха.

Воздух с объемным расходом 5 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВН-20. Для определения 1/2 ПЭК достаточно отобрать 20 л воздуха.

Срок хранения отобранных проб не более 10 суток.

Градуйровочные растворы готовят согласно таблице 9

Таблица 9

Шкала градуировочных растворов

№ стандарта	Стандартный раствор №2, мл.	0,1 н. гидроокись натрия, мл.	Концентрация вещества в градуировочном р-ре, мкг/мл
1	0	20	0
2	1,0	19,0	1,0
3	3,0	17,0	3,0
4	6,0	14,0	6,0
5	9,0	11,0	9,0
6	12,0	8,0	12,0
7	15,0	5,0	15,0
8	20,0	0	20,0

Подготовленные градуировочные растворы перемешивают и через 10 мин. измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 540 нм для активного красно-фиолетового 2:1 и 370 нм для дисперсного прочного желтого 2к. Измерения проводят в кюветах с толщиной поглощающего слоя $l = 1,0$ см по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества - раствор №1 по таблице.

Градуйровочные растворы устойчивы 6 часов.

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

Проверка градуировочного графика проводится в случае использования новой партии реактивов.

Проведение измерения.

Фильтр с отобранной пробой переносят в химический стакан, добавляют 5 мл 0,1 н NaOH и тщательно отмывают фильтр, затем раствор

переносят в мерный цилиндр. Пробы обрабатывают аналогично ещё 2-3 раза. Общий объём доводят до 20 мл. Оптическую плотность анализируемого раствора пробы измеряют аналогично градуировочным растворам.

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

Расчет концентрации.

Концентрацию вещества "С" в воздухе в мкг/м³ вычисляют по формуле:

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

a - концентрация вещества в анализируемом растворе пробы, найденная по градуировочному графику, мкг/мл.

b - общий объём раствора пробы, мл.

V - объём 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 Ъ

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	1	3
22	1-хлор-3,3-диметилбутанон-2		НИИ химии АН УзССР
23	1,4-хлорфеноксид-(3,3-диметилбутанон-2)		НИИ химии АН УзССР
24	1-хлор(4-хлорфеноксид)-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 ринилсульфоновые 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
 Цаннаид 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(дихлорфеноксипинаколикс) 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 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 Тип 1000