

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

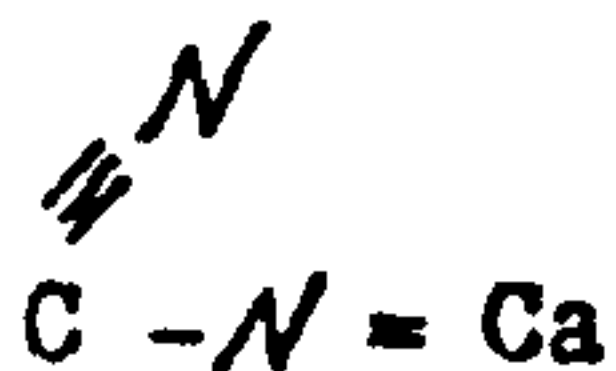
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

А.И. Заиченко

" 11 " декабря 1987 г.

№ 4465-87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ЦИАНАМИДА
КАЛЬЦИЯ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М(с). 80,10

Цианамид кальция - белый, а технический - светлосерый порошок, плотность 2,29 г/см³, в воде растворяется 2,5 г/100 мл при 25°С, в спирте не растворим, T_{плавл.} = 1340°С, при 1150°С начинается возгонка

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Цианамид кальция действует раздражающе на слизистые, оказывает слабовыраженный кожнорезорбтивный эффект.

ПДК в воздухе - 1 мг/м³.

ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Определение основано на взаимодействии цианамид кальция с нитропруссидом натрия в присутствии железосинеродистого калия (III) с образованием соединения, окрашенного в малиновый цвет.

Отбор проб производится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения в анализируемом объеме 3 мкг.

Нижний предел измерения цианамид кальция в воздухе 0,5 мкг/м³ (при отборе 48 л).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 0,5 – 16 мкг/м³.

Измерению не мешают примеси технического цианамид кальция: окись кальция, хлорид кальция, двуокись кремния, сульфид железа (II); измерению мешают – цианамид свободный и его производные.

Суммарная погрешность не превышает ±25%.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, около 80 минут.

ПРИБОРЫ, АППАРАТУРА, ПОСУДА

Аспирационное устройство.

Фильтры АФА-ВП-20.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, вместимость 100 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимость 0,1; 1 и 5 мл.

Химические стаканы, вместимость 50 мл.

Пробирки колориметрические, вместимость 5 мл.

Фотоэлектроколориметр.

РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Кальция цианамид ТУ 113-03-29-6-81.

Стандартный раствор Б 1 с концентрацией цианамид кальция 0,1 мкг/мл готовят растворением 10 мг вещества в дистиллированной воде в мерной колбе вместимость 100 мл.

Стандартный раствор Б 2 с концентрацией вещества 10 мкг/мл готовят путем соответствующего разбавления дистиллированной водой стандартного раствора Б 1.

Стандартные растворы не устойчивы, готовят перед употреблением.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

Калий железосинеродистый, ГОСТ 4206-66, х.ч., 10% водный раствор.

Натрия гидрат, ГОСТ 4328-66, х.ч., 10% водный раствор.

Натрия нитропруссид (импортный) х.ч., 10% водный раствор.

Реактив для цветной реакции: по одному объему 10% растворов натрия гидрата, калия железосинеродистого и нитропруссиды натрия смешивают с тремя объемами дистиллированной воды. Раствор оставляют стоять при комнатной температуре не менее 20 минут. В холодильнике этот реактив сохраняется в течение трех недель.

ОТБОР ПРОБЫ ВОЗДУХА

Воздух с объемным расходом 10 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-20.

Для измерения 0,5 ПДК следует отобрать 48 л воздуха.

Пробы сохраняются в течение месяца в плотно закрытой посуде.

ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

Градуировочные растворы цианамида кальция (устойчивы в течение 2 часов) готовят согласно таблице. 23

Таблица 23

Шкала градуировочных растворов				
Номер стандарта	Стандартный раствор 21, мл	Стандартный раствор 52, мл	Вода дистиллированная, мл	Содержание цианамида кальция, мкг
1	0	0	2	0
2	0	0,3	1,7	3
3	0	0,5	1,5	5
4	0	1,0	1,0	10
5	0	1,5	0,5	15
6	0	2,0	0	20
7	0,3	0	1,7	30
8	0,5	0	1,5	50
9	0,7	0	1,3	70
10	1,0	0	1,0	100

Далее по все пробирки шкалы стандартов добавляют по 0,15 мл реакционной смеси. Растворы перемешивают и оставляют стоять в течение часа. Затем измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре при длине волны 500 нм. Измерение проводят в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (раствор № I по табл.)

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс — соответствующие им величины содержания цианмида кальция в градуировочном растворе (в мкг). Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в месяц или в случае использования новой партии реактивов.

ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Фильтр с отобранной пробой переносят в небольшой стаканчик, заливают 7 мл дистиллированной воды, хорошо перемешивают, дают отстояться 1–2 мин., отфильтровывают (если кальция цианамид технический с нерастворимыми примесями). Остаток на фильтре и стаканчик промывают трижды 3 мл дистиллированной воды, общий объем воды — 16 мл. Промывные жидкости объединяют в небольшом стаканчике, отбирают пипеткой 2 мл и сразу же переносят в колориметрическую пробирку, вносят 0,15 мл реакционной смеси. Раствор перемешивают и оставляют стоять в течение часа. Пробу, окрашенную в малиновый цвет, фотометрируют аналогично градуировочным растворам.

Количественное определение цианмида кальция проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ

Концентрацию мочевины "С" в воздухе в мг/м³ вычисляется по формуле:

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

- а - концентрация вещества в анализируемом растворе, найденная по градуировочному графику, мкг;
- в - общий объем раствора пробы, мл;
- б - объем раствора пробы, взятый для анализа, мл;
- Г - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л (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(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 (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 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