

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

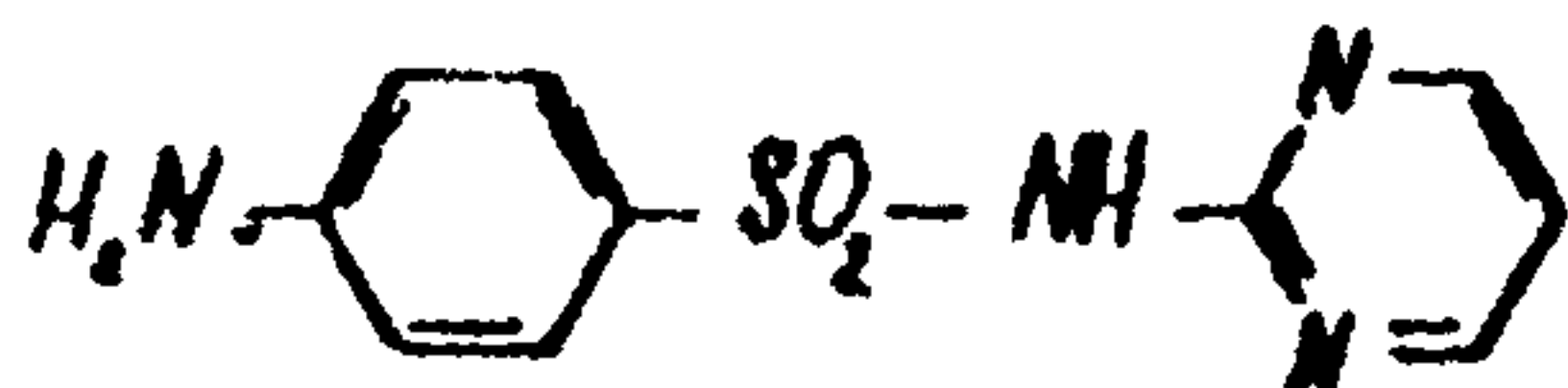
Заместитель Главного
государственного санитарного
врача СССР

А.И. Заяченко А.И. Заяченко

11 декабря 1987 г.

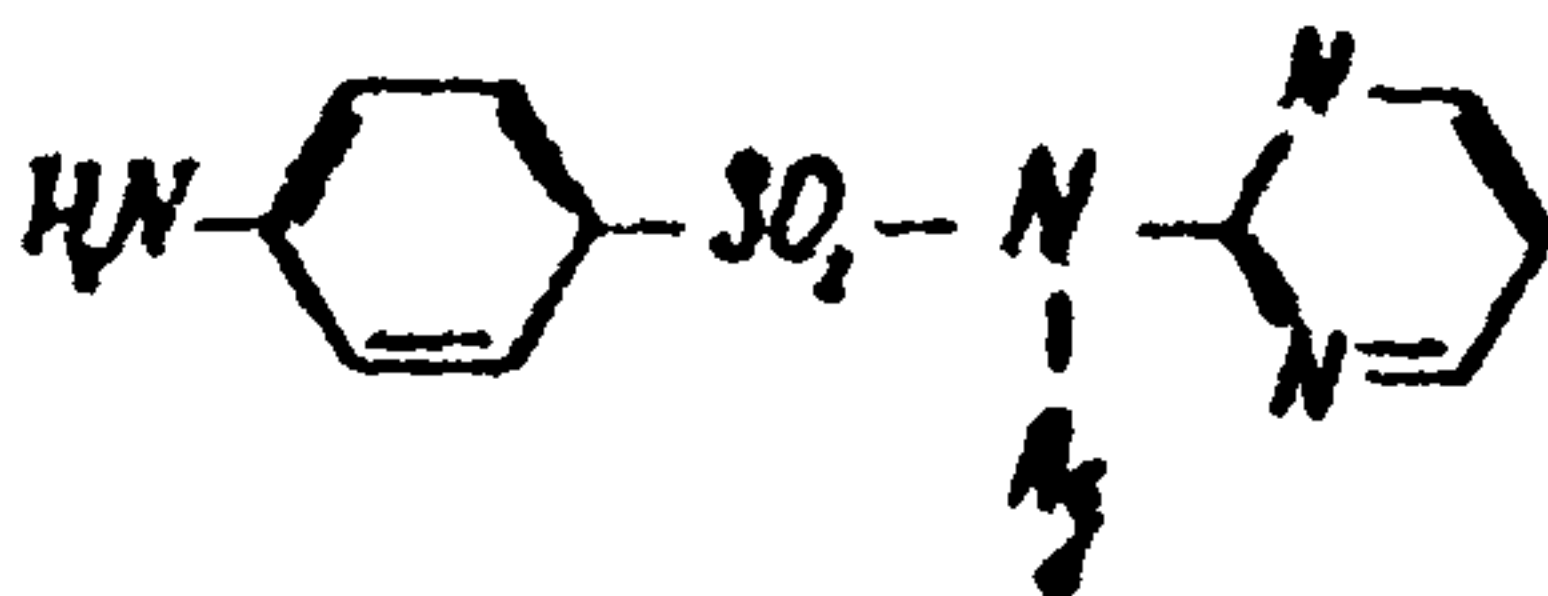
№ 4459-87

**Методические указания
по фотометрическому измерению концентрации
сульфазона, сульфадимина серебра, уросульфа-
на в воздухе рабочей зоны**



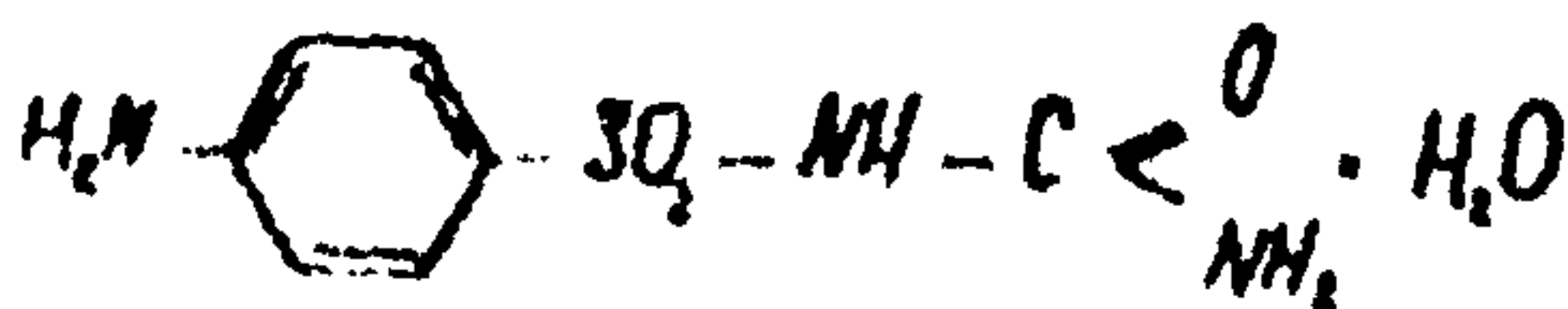
М.м. 250,0

2-(пара-Аминобензолсульфамидо)-пиридин-(сульфазон).



М.м. 357,13

2-(пара-Аминобензолсульфонамидо)-пиридина серебра-(сульфа-
зон серебра).



М.м. 233,22

пара-Аминобензолсульфонилмочевина-(уросульфам).

Связано-химические свойства определяемых веществ

№ п/п	Название вещества	Агрегатное состояние	Тпл. °С	Растворимость	В воздухе взвешивается в виде
1.	Сульфазин	Белый или белый с желтоватым оттенком кристаллический порошок, без запаха	252-256	Нерастворим в воде, мало в спирте, растворим в р-рах щелочей и мин. кислот	аэрозоль
2.	Сульфадиазин серебра	Белый кристаллический порошок, без запаха	>300	Нерастворим в воде, спирте, ацетоне, эфире, растворим в р-рах мин. кислот	аэрозоль
3.	Уросульфан	Белый кристаллический порошок, без запаха	151-157	Мало растворим в воде, трудно растворим в спирте, легко - в ацетоне, разведенных кислотах	аэрозоль

Раздражающее действие на кожу не выявлено, на слизистые оболочки глаз - умеренное.

ПДК в воздухе - 1 мг/м³.

Характеристика метода

Метод основан на реакции взаимодействия сульфазина, сульфадиазина серебра, уросульфана с резорцином и последующем фотометрической измерении окрашенного продукта реакции при 500 нм. Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр типа АФА.

Нижний предел измеренная концентрация вещества в объеме анализируемого раствора 5 мкг.

На 1 м³ предел измерения вещества в воздухе 0,5 мг/м³ (при отборе 50 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций от 0,5 до 5 мг/м³.

Влажность не мешает установке спарт.

Суточная погрешность не превышает ±20%.

Время выполнения измерения 1 час, включая отбор проб.

Приборы, аппаратура, посуда

Электрофотометр
Аспирационное устройство
Фильтродержатель
Боксы с шлифованной крышкой, ГОСТ 7148-70, вместимостью 25 мл.

Пробирки колориметрические, ГОСТ 10515-75, вместимостью 20 мл.
Колбы мерные, ГОСТ 1770-74Е, вместимостью 25 мл и 100 мл.
Пипетки, ГОСТ 20292-74Е, вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл с делениями 0,01, 0,05 и 0,1 мл.

Реактивы, растворы и материалы

Сульфазин В/С 42-1300-83
Сульфадiazин серебра фармакопейный
Уросульфам ГФ X Ст 710-66
Кислота азотная, ГОСТ 4461-77, х.ч. 2н. раствор
Кислота соляная, ГОСТ 3118-77, х.ч. 3%-ный раствор
Натрий азотистокислый, ГОСТ 4197-74, х.ч. 0,5%-ный раствор.
Мочевина, ГОСТ 6691-77, ч.д.а. 40%-ный раствор.
Резорцин, ГОСТ 9945-82, ч.д.а. 1%-ный раствор.
Стандартные растворы сульфазина, уросульфана № 1 с концентрацией вещества 500 мкг/мл, готовят растворением 0,0500 г вещества в 100 мл 3%-ной соляной кислоты. Растворы устойчивы в течение месяца.

Стандартный раствор сульфадiazина серебра № 1 с концентрацией вещества 500 мкг/мл, готовят растворением 0,0500 г вещества в 100 мл 2 н. азотной кислоты. Раствор устойчив в течение месяца.

Стандартные растворы № 2 с концентрацией 50 мкг/мл определенных веществ готовят путем соответствующего разбавления исходных стандартных растворов. Растворы устойчивы в течение 7 дней.

Фильтры АКА-ХА-10.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемом расходом 10 л/мин аспирирует через фильтр АКА-ХА-10, помещенный в фильтродержатель. Для измерения 1/2 ПДК следует отобрать 50 л воздуха. Пробы устойчивы в течение 7 дней.

Подготовка к измерению

Градуировочные растворы (устойчивы в течение 1 ч) готовят согласно таблице. 18

Таблица 18

Шкала градуировочных растворов

№ п/п	Стандартные растворы № 2, мл	3%-ный раствор соляной кислоты, мл	Содержание сульфазина и уросульфона в градуировочном растворе, мкг
1	0	2,0	0
2	0,1	1,9	5,0
3	0,2	1,8	10,0
4	0,3	1,7	15,0
5	0,5	1,5	25,0
6	0,7	1,3	35,0
7	1,0	1,0	50,0

Шкала градуировочных растворов

№ п/п	Стандартные растворы № 2, мл	2%-раствор азотной кислоты, мл	3%-ный раствор соляной кислоты, мл	Содержание сульфазина и серебра в градуировочном растворе, мкг
1	0	2,0	Во	0
2	0,1	1,9	все	5,0
3	0,2	1,8	пробирка по I	10,0
4	0,3	1,7	I	15,0
5	0,5	1,5		25,0
6	0,7	1,3		35,0
7	1,0	1,0		50,0

В подготовленные градуировочные растворы прибавляют 0,5 мл 0,5%-ного раствора нитрата натрия, взбалтывают и оставляют на 5 минут. Избыток азотистой кислоты удаляют прибавлением 1,0 мл 40%-ного раствора мочевины. По окончании реакции нитрата натрия с мочевиной (через 2-3 мин, когда прекратится выделение пузырьков азота) добавляют 0,1 мл 1%-ного раствора резорцина и 5 мл 10%-ного раствора едкого натра, перемешивают и через 20 мин. измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 500 нм. Измерения проводят в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм

... : отлить в раствору сравнения, не содержащему определяемых веществ (раствор № I по табл.).

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс — соответствующие им величины содержания вещества в градуировочном растворе.

Проверка градуировочного графика проводится I раз в 3 месяца или в случае использования новой партии реактивов.

Проведение измерения

Спальт с отобранной пробой переносят в бюкс (или пробирку). Пробы сульфидов, уросульфидов обрабатывают 10 мл 3% -ной соляной кислоты, а пробы сульфидов серебра соответственно раствором 2% азотной кислоты и оставляют на 15 минут при периодическом перемешивании.

2 мл раствора переносят в пробирку, обрабатывают аналогично градуировочным раствором и измеряют оптические плотности полученных растворов по сравнению с контролем, который готовят одновременно в аналогично пробе.

Содержание определяемых веществ (в мкг) в анализируемой пробе находят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

Концентрацию определяемых веществ "С" в воздухе (в мкг/м³) 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, взятой для анализа мл;

V — объем воздуха (в л) отобранный для анализа и приведенный в стандартных условиях.

(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 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(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 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-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2 и 1-хлор-(4-хлорфенокси)-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