Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/I

Москва - 1988

gost.e-ecolog.ru

Министерство здравоохранения СССР

М Е Т О Д И Ч Е С К И Е У К А З А Н И Я
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/I

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 индивидуально 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 I2.I.005-76 "ССБТ.Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования" и ГОСТ I2.I.0I6-79 "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.
№ 4465-87

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



$C - N = Ca$ М(г). 80,10

Цианамид кальция - белый, а технический - светло-серый порошок, плотность 2,29 г/см^3, в воде растворяется 2,5 г/100 мл при 25^{0}С, в спирте не растворим, $T_{плавл.}$ = 1340^{0}С, при 1150^{0}С начинается возгонка

В воздухе находится в виде аэрозоля.

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

ПДК в воздухе - 1 мг/м^3.

ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Определение основано на взаимодействии цианамида 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 цианамида кальция в воздухе 0,5 мг/м^3 (при отборе 48 л).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 0,5 – 16 мг/м^3.

Измерению не мешают примеси технического цианамида 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, вместимостью 100 мл.

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

Химические стаканы, вместимостью 50 мл.

Пробирки колориметрические, вместимостью 5 мл.

Фотоэлектроколориметр.

РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Кальция цианамид ТУ 113-03-29-6-81.

Стандартный раствор № 1 с концентрацией цианамида кальция 0,1 мг/мл готовят растворением 10 мг вещества в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 мл.

Стандартный раствор № 2 с концентрацией вещества 10 мкг/мл готовят путем соответствующего разбавления дистиллированной водой стандартного раствора № 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 нитропруссида 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 №1, мл	Стандартный раствор №2, 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 во 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 № 1 по табл.)

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс – соответствующие им величины содержания цианамида 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. Пробы, окрашенные в малиновый цвет, фотометрируют аналогично градуировочным растворам.

Количественное определение цианамида кальция проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ

Концентрацию цианамида кальция "С" в воздухе в мг/м^3 вычисляют по формуле:

$$C = \frac{а \cdot в}{б \cdot V}$$, 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;

V - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л (см.Приложение I).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Справочное

Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79 (температура 20°С, давление 760 мм рт.ст.) проводят по следующей формуле:

$$V = \frac{V_t (273+20) \cdot P}{(273+t^\circ) \cdot 101{,}33}$$, 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°С 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

°С	Давление Р, 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	1,0986	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	0,9880	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9783	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	0,9786
+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	0,248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 3

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
I	2	3
I	аценафтен	НИОПИК, Донецкий мединститут
2	3,3-диметилбутанон-2 (пинаколин)	НИИ химии АН УзССР
3	дисульфан	НИИ лексредств
4	I,I-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-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
I0	красители триарилметановые	НИОПИК
II	красители фталоцианиновые	НИОПИК
I2	крезидин	НИОПИК
I3	натрия гидрокарбонат	Донецкий НИИ ГТиПЗ
I4	натрий монохлоруксусный	Уфимский НИИ ГТиПЗ
I5	натриевая соль полифталоцианина кобальта	Уфимский НИИ ГТиПЗ
I6	рибофлавин	НИИ лексредств
I7	*L* -сорбоза	НИИ ГТиПЗ АМН СССР
I8	сульфазин, сульфадиазин серебра, уросульфан	НИИ лексредств
I9	сульфантрол	НИИ лексредств
20	I,2,4-триазол	НИИ химии АН УзССР
2I	триэтилфосфат	Львовский мединститут

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

Наименование веществ	Методические указания
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 I,88
I,I-дигидроперфторамилакрилат	коэффициент пересчета с фтора I,78
I,I,7-тригидроперфторгептилакрилат	коэффициент пересчета с фтора I,69
I,I-дигидроперфторгептилакрилат	коэффициент пересчета с фтора I,64

Указатель определяемых веществ

Аспнафтен 3
Гидрокарбонат натрия 7
3,3-диметилбутанон-2 12
6,7-диметил-9-(Д-1-рибитил)изоаллоксазин (рибофлавин) 18
Дисульфан 22
1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2(дихлорфеноксипинаколин)26
Изобутиронитрил 31
3-изоцианотолуол (м-толилизоцианат) 35
Красители: активные винилсульфоновые 48
активный красно-фиолетовый 2КТ 44
активные хлортиазиновые 65
дисперсные антрахиноновые 40
дисперсный прочный желтый 2К 44
основные триарилметановые 54
фталоцианиновые 60
Крезидин 70
Монохлоруксусный натрий 76
Натриевая соль полифталоцианина кобальта 81
L-сорбоза 86
Сульфадиазин серебра 92
Сульфазин 92
Сульфантрол 97
1,2,4-триазол 101
Триэтилфосфат 110
Уросульфан 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
Цианамид кальция 126

С О Д Е Р Ж А Н И Е

стр.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аценафтена 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-I-рибитил)изоаллоксазина (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 I,I-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2(дихлорфеноксипинаколина) в воздухе рабочей зоны.26
7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изобутиронитрила в воздухе рабочей зоны. 31
8. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3-изоцианотолуола (м-толилизоцианата) 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 2К 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 КТ, 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 хлортриазиновых 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-сорбозы 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 концентраций 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 цианамида кальция в воздухе рабочей зоны 126
Приложение 1 131
Приложение 2 132
Приложение 3 133
Приложение 4 135
Указатель определяемых веществ 136

gost.e-ecolog.ru

т.-47854 от. 23.04.82 п. л. 2,75 Зак. №1562 Тир 100
Типография Министерства здравоохранения СССР