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.

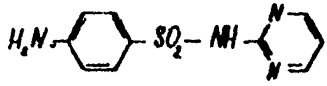
Ответственные за выпуск: С.И.Муравьева, Г.А.Дьякова, К.М.Грачева, В.Г.Овечкин.

Настоящие методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
государственного санитарного
врача СССР
А.И.Заиченко
11 декабря 1987 г.

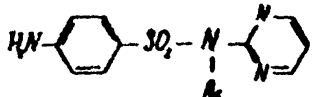
№ 4459-87

Методические указания
по фотометрическому измерению концентраций сульфазина, сульфадиазина серебра, уросульфана в воздухе рабочей зоны



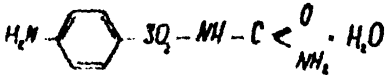
М.м. 250,0

2-(пара-Аминобензолсульфамидо)-пиримидин-(сульфазин).



М.м. 357,13

2-(пара-Аминобензолсульфонамидо)-пиримидина серебра-(сульфазин серебра).



М.м. 233,22

пара-Аминобензолсульфонилмочевина-(уросульфан).

Физико-химические свойства определяемых веществ

№ п/п	Название вещества	Агрегатное состояние	Тпл. °С	Растворимость	В воздухе находится в виде
I	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	I5I-I57	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 - I мг/м³.

Характеристика метода

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

Нижний предел измерения концентрации вещества в объеме анализируемого раствора 5 мкг.

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

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

Определению не мешает этиловый спирт.

Относительная погрешность не превышает ±20%.

Время выполнения измерения I час, включая отбор проб.

Приборы, аппаратура, посуда

Электрофотометр

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Боксы с притертой 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 ВУС 42-1300-83

Сульфадиазин серебра фармакопейный

Уросульфан ТУ Х 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 сульфадиазина 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 определяемых веществ готовят путем соответствующего разбавления исходных стандартных растворов. Растворы устойчивы в течение 7 дней.

Фильтры АФА-ХА-10.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 10 л/мин аспирируют через фильтр АФА-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
I	0	2,0	0
2	0,I	I,9	5,0
3	0,2	I,8	I0,0
4	0,3	I,7	I5,0
5	0,5	I,5	25,0
6	0,7	I,3	35,0
7	I,0	I,0	50,0

Шкала градуировочных растворов

№№ п/п	Стандартные растворы № 2, мл	2н.раствор азотной кислоты, мл	3%-ный раствор соляной кислоты, мл	Содержание сульфазинна серебра в градуировочном растворе, мкг.
I	0	2,0	Во	0
2	0,I	I,9	все	5,0
3	0,2	I,8	пробирки по	I0,0
4	0,3	I,7	I	I5,0
5	0,5	I,5		25,0
6	0,7	I,3		35,0
7	I,0	I,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 I,0 мл 40%-ного раствора мочевины. По окончании реакции нитрата натрия с мочевиной (через 2-3 мин, когда прекратится выделение пузырьков азота) добавляют 0,I мл I%-ного раствора резорцина, 5 мл I0%-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 I0 мм

ми : оптическую к 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

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

2 мл раствора переносят в пробирки, обрабатывают аналогично градуировочным растворам и измеряют оптические плотности полученных растворов по сравнению с контролем, который готовят одновременно и 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 мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot B}{б \cdot V} \quad ; \quad \text{где}$$

а – содержание вещества 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. 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