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.

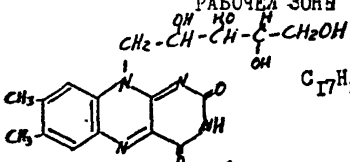
Ответственные за выпуск: С.И.Муравьева, Г.А.Дьякова, К.М.Грачева, В.Г.Овечкин.

Настоящие методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР
А.И.Заиченко
"11" декабря 198 г.
№ 4444-87

М Е Т О Д И Ч Е С К И Е У К А З А Н И Я

ПО ФЛУОРИМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ 6,7-ДИМЕТИЛ-9-(Д-I-РИБИТИЛ) ИЗОАЛЛОКСАЗИНА (РИБОФЛАВИНА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



$C_{17}H_{20}N_4O_6$

М.м. 376,3

6,7-диметил-9-(Д-I-рибитил) изоаллоксазин (рибофлавин) - желтый или желто-оранжевый кристаллический порошок горького вкуса, со слабым специфическим запахом, температура плавления - 280-285°С. Трудно растворим в воде, растворим в физиологическом растворе, легко растворим в разбавленных щелочах, почти нерастворим в спирте, эфире, ацетоне и хлороформе. В воздухе находится в виде аэрозоля.

Рибофлавин - умеренно опасное соединение при введении в легкие.

ПДК в воздухе - I мг/м^3.

ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Метод основан на измерении интенсивности флуоресценции рибофлавина в среде диметилформамида при длине волны возбуждения

470 нм и длине волны излучения 540 нм. Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения в флуориметрируемом растворе составляет 5,0 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе – 0,5 мг/м^3 (при отборе 100 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций от 0,5 мг/м^3 до 5 мг/м^3.

Метод специфичен в условиях производства.

Суммарная погрешность не превышает 20%.

Время выполнения измерения 20 мин, включая отбор пробы.

ПРИБОРЫ, АППАРАТУРА, ПОСУДА

Флуориметр

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

Мерные колбы, вместимостью 100 мл, ГОСТ 1770-74.

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

Стаканы, вместимостью 50 мл, ГОСТ 19908-80.

РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ И МАТЕРИАЛЫ

Рибофлавин, фармакопейный.

Стандартный раствор рибофлавина № 1 с концентрацией вещества 100 мкг/мл готовят растворением 0,01 г рибофлавина в 100 мл дистиллированной воды. Раствор устойчив в течение 30 дней при хранении в темном месте.

Стандартный раствор рибофлавина № 2 с концентрацией вещества 5 мкг/мл готовят разбавлением раствора № 1 в 20 раз дистиллированной водой. Срок хранения – 7 дней (в темном месте).

Диметилформамид, ГОСТ 20289-74, ч., или ГОСТ 20289-74, х.ч.

Фильтры АФА-ВП-10.

ОТБОР ПРОБЫ ВОЗДУХА

Воздух с объемным расходом 5 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10 для измерения 1/2 ПДК следует отобрать 100 л воздуха. Срок хранения отобранных проб - 7 дней.

ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

Градуировочные растворы (устойчивы в течение 7 дней при хранении в темном месте) готовят согласно таблице 4

Таблица 4

Шкала градуировочных растворов			
№ стандарта	Стандартный раствор рибофлавина № 2, мл	Диметилформамид, мл	Содержание рибофлавина в градуировочном растворе, мкг
1	0	10	0
2	1	9	5
3	4	6	20
4	6	4	30
5	8	2	40
6	10	0	50

Измеряют интенсивность флуоресценции полученных растворов на флуориметре при длине волны возбуждения 470 нм, излучение - 540 нм, по отношению к раствору сравнения, не содержащего рибофлавина (раствор № 1 по табл.). Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения интенсивности флуоресценции градуировочных растворов (в %), на ось абсцисс - соответствующие им величины содержания рибофлавина в растворах (в мкг).

Проверка градуировочного графика проводится 1 раз в 3 месяца или в случае использования новой партии реактивов.

ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Фильтр с отобранной пробой измельчают и переносят в стакан, извлекают рибофлавин 10 мл дистиллированной воды, прибавляя ее порциями при встряхивании, фильтрат переносят в пробирку. К 1 мл полученного фильтрата добавляют 9 мл диметилформамида. Интенсивность флуоресценции полученного анализируемого раствора пробы измеряют аналогично градуировочным растворам по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробе.

Количественное определение содержания рибофлавина в мкг в анализируемой пробе проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ

Концентрацию рибофлавина (С) в воздухе (мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot в}{б \cdot V}, \text{ где}$$

а – содержание рибофлавина в анализируемом объеме 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 1).

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