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.

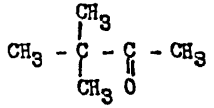
Включенные в данный выпуск методические указания подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ I2.I.005-76 "ССБТ.Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования" и ГОСТ I2.I.0I6-79 "ССБТ.Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ" и одобрены Проблемной 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.
№ 4443-87

М Е Т О Д И Ч Е С К И Е У К А З А Н И Я
ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ 3,3-ДИМЕТИЛБУТАНОНА-2 В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м.100,1

3,3 диметилбутанон-2 (пинаколин).

Пинаколин - бесцветная жидкость с резким запахом, плотность 1,02 г/см^3, хорошо растворим в большинстве органических растворителей, в воде при 15^{0}С - 2,44%. $T_{кип.}$ 106^{0}С, $T_{пл.}$ -52,6^{0}С. В воздухе присутствует в виде паров.

Пинаколин оказывает слабое местно-раздражающее действие на кожу и слизистую оболочку глаз, обладает слабой кумуляцией.

ПДК в воздухе 20 мг/м^3.

ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Определение основано на взаимодействии пинаколина с 2,4-динитрофенилгидразином с образованием гидразона, который при взаимодействии с раствором щелочи дает соединение, окрашенное в красно-винный цвет, и последующем измерении окрашенного продукта реакции при 440 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием в поглотительный раствор.

Нижний предел содержания пинаколина в объеме анализируемого раствора 10 мкг.

Нижний предел измерения пинаколина в воздухе – 5 мг/м^3 (при отборе 10 л).

Диапазон измеряемых концентраций от 5,0 до 40 мг/м^3.

Определению мешают органические соединения, содержащие карбонильную группу.

Граница суммарной погрешности измерения в воздухе не превышает ± 25%.

Время выполнения измерения 70 мин, включая отбор проб 20 мин.

ПРИБОРЫ, АППАРАТУРА, ПОСУДА

Спектрофотометр

Аспирационное устройство

Поглотительные сосуды с пористой пластинкой

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, на 25, 100 мл

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью 0,1; 1 и 2 мл с делениями 0,001; 0,01 и 0,02 мл

Посуда лабораторная согласно ГОСТ 1770-74

Баня водяная

Насос водоструйный

Термостат водяной УТ-15

Пробирки с пришлифованной пробкой, ГОСТ 10515-75 емкостью 10 мл.

РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ И МАТЕРИАЛЫ

Пинаколин.

Стандартный раствор № I; в мерную колбу вместимостью 25 мл вносят 5 мл этилового спирта, очищенного от карбонильных соединений и взвешивают. Добавляют 3-4 капли пинаколина, взвешивают и доводят объем до метки этиловым спиртом. По результатам двух взвешиваний рассчитывают концентрацию вещества в мг/мл.

Стандартный раствор № 2 с концентрацией 100 мкг/мл вещества готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № I этиловым спиртом, очищенным от карбонильных соединений.

Растворы при хранении в холодильнике устойчивы в течение двух недель.

Спирт этиловый-ректификат, по ГОСТ 5963-67 может содержать карбонильные соединения, в частности ацетон.

Этиловый спирт очищают от карбонильных соединений, добавлением к 500 мл спирта 2 г активированного угля и 2 капель насыщенного раствора $KMnO_4$ с последующим кипячением с обратным холодильником на водяной бане в течение 15 минут. Спирт охлаждают и фильтруют. Добавляют 2 г 2,4-динитрофенилгидразина, 5 капель концентрированной соляной кислоты и кипятят с обратным холодильником на водяной бане в течение 2-х часов. Затем спирт отгоняют и хранят в склянке из темного стекла. Спирт, очищенный от карбонильных соединений, сохраняется при температуре + 4^0C в течение месяца в склянке из темного стекла.

2,4-динитрофенилгидразин, ТУ 6609-2016-64, насыщенный раствор.

2,4-динитрофенилгидразин предварительно перекристаллизовывают из этилового спирта, очищенного от карбонильных соединений. Для этого 10 г 2,4-динитрофенилгидразина насыпают в стакан емкостью

100 мл, наливают 50 мл очищенного спирта, помещают в водяную баню, нагревают до кипения при периодическом помешивании стеклянной палочкой до полного растворения осадка. Затем горячий раствор быстро отфильтровывают, стакан с раствором помещают в кристаллизатор со льдом. Выпавшее при кристаллизации вещество отделяют от маточного раствора путем фильтрования под вакуумом. Отфильтрованные кристаллы высушивают на воздухе.

Готовят насыщенный раствор реактива, растворяют 1 г в 100 мл этилового спирта. Раствор устойчив в течение двух недель.

Соляная кислота, ГОСТ 3118-67, плотность 1,19.

Калий марганцевокислый, по ГОСТ 20490-75, ч.д.а.

Гидроокись калия, ч.д.а., ГОСТ 4203-65, 10% раствор.

Раствор КОН готовят растворением 10 г щелочи в колбе емкостью 100 мл в 20 мл дистиллированной воды, раствор до метки доводят этиловым спиртом, свободным от карбонильных соединений. В случае образования мути раствору дают отстояться и для работы используют раствор щелочи, который может храниться неограниченное время.

ОТБОР ПРОБЫ ВОЗДУХА

Воздух в количестве 10 л аспирируют со скоростью 0,5 л/мин через два последовательно соединенных поглотительных прибора с 5 мл этилового спирта в каждом. Поглотительные сосуды охлаждают смесью "Лед+соль".

Для определения 1/2 ПДК достаточно отобрать 5 л воздуха.

Пробы хранятся в холодильнике в течение 5 дней.

ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

Градуировочные растворы готовят согласно таблице, растворы устойчивы в течение 0,5 часа.

Таблица 3

№ стандарта	Стандартный р-р № 2, мл	Содержание в-ва в градуировочном р-ре, мкг	Этиловый спирт, мл
1	0	0	1
2	0,1	10	0,9
3	0,15	15	0,85
4	0,2	20	0,8
5	0,3	30	0,7
6	0,4	40	0,6
7	0,5	50	0,5
8	0,6	60	0,4
9	0,8	80	0,2

В мерные колбы на 25 мл отбирают согласно таблице аликвоты стандартного раствора № 2, приливают этиловый спирт, 0,05 мл концентрированной соляной кислоты, 1 мл 2,4-динитрофенилгидразина, помещают в термостат с температурой 50°С на 30 минут.

По истечении 30 мин колбы вынимают, охлаждают, прибавляют в каждую по 7 мл раствора щелочи и доводят до метки дистиллированной водой. Полученный вишнево-красного цвета раствор фотометрируют через 3 минуты на спектрофотометре при длине волны λ = 440 нм. до истечения 15 мин. Измерение проводят в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемое вещество.

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс – соответствующие им величины содержания вещества в градуировочном растворе (в мкг). Проверка графика проводится 1 раз в месяц.

ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Растворы в поглотительных сосудах перемешивают, смывая адсорбированное вещество со стенок входной трубки этим же раствором с помощью резиновой груши, и переносят в мерную пробирку с притертой пробкой. Поглотительные приборы ополаскивают небольшим количеством спирта и сливают в ту же мерную пробирку так, чтобы объем экстракта был 10 мл. Для анализа отбирают по 2 мл в мерные колбы на 25 мл. Анализ проводят так же, как при построении градуировочного графика. Оптическую плотность полученного анализируемого раствора измеряют аналогично градуировочным растворам по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробе. Количественное содержание пинаколина в анализируемой пробе проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ

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

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

а – содержание пинаколина в анализируемом объеме, найденное по градуировочному графику, мкг;

в – общий объем раствора пробы, мл;

б – объем пробы, взятый для анализа, мл;

V – объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л (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