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.

№ 4442-87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ФОТОМЕТРИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ГИДРОКАРБОНАТА НАТРИЯ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

$NaHCO_3$ М.м. 84,01

Натрия гидрокарбонат - белый кристаллический порошок, плотность 2,20 г/см^3, при нагревании до 50 °С начинает отщеплять CO_2, а при 100-150 °С полностью разлагается, превращаясь в карбонат натрия; растворим в воде (8,76 % при 20 °С).

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Обладает раздражающим действием на кожу и слизистые глаз.

ПДК в воздухе - 5 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на взаимодействии гидрокарбоната натрия с хлористоводородной кислотой (избыток которой удаляется упариванием), взаимодействии образовавшихся хлоридов с роданидом ртути и трехвалентным железом в растворах уксусной и хлорной кислот и последующим фотометрическим измерением окрашенного продукта реакции при 490 нм.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения гидрокарбоната натрия в анализируемом объеме раствора 5 мкг.

Нижний предел измерения гидрокарбоната натрия в воздухе 2,5 мг/м^3 (при отборе 30 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций гидрокарбоната натрия от 2,5 мг/м^3 до 25 мг/м^3.

Измерению не мешает углекислый газ, мешают другие щелочи и хлориды.

Суммарная погрешность измерения не превышает ± 25 %.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, 60 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Фотоэлектроколориметр.

Аспирационное устройство.

Песочная баня.

Фильтры АФА-ВП-10.

Патроны металлические или пластмассовые.

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

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74Е, вместимостью 25 мл.

Пипетки, ГОСТ 20292-74Е, вместимостью 1,2 и 5 мл.

Стаканы термостойкие, вместимостью 50 мл (при мытье используется хромовая смесь, с последующей обработкой 0,1 н раствором хлористоводородной кислоты и полосканием дистиллированной водой).

Реактивы, растворы и материалы

Этиловый спирт, ГОСТ 8314-77, хч, 96 % раствор.

Уксусная кислота, ГОСТ 61-75, хч.

Ртути роданид, ТУ 4305-51; 0,1 г роданида ртути растворяют в 50 мл спирта (роданид ртути можно приготовить, смешивая растворы эквивалентных количеств роданида калия и азотнокислой окисной ртути; выпадающий белый осадок, отфильтровывают и промывают).

Хлорная кислота, ТУ 6-09-2878-73, 3:2 (к 60 мл хлорной кислоты добавляют 40 мл воды).

Железоаммонийные квасцы, ТУ 4205-77, хч, 2,5 % раствор. (2,5 г железоаммонийных квасцов растворяют в 100 мл раствора хлорной кислоты 3:2).

Реактивный раствор: к 350 мл уксусной кислоты добавляют 50 мл 0,25 % спиртового раствора роданида ртути и 100 мл 2,5 % раствора железоаммонийных квасцов. Раствор устойчив в течение недели.

Кислота хлористоводородная, ГОСТ 3118-77, хч, 0,1 н раствор и 0,04 н раствор.

Гидрокарбонат натрия, ТУ 6-09-2540-72, хч.

Стандартный раствор гидрокарбоната натрия №1 с концентрацией 750 мкг/мл готовят растворением навески 0,075 г в 100 мл воды.

Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 10 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП. Для измерения 1/2 ПДК гидрокарбоната натрия следует отобрать 30 л воздуха. Пробы сохраняются в течение 2-х недель.

Подготовка к измерению

Градуировочные растворы гидрокарбоната натрия готовят согласно таблице 2

Таблица 2

Шкала градуировочных растворов

Номер стандарта	Стандартный раствор гидрокарбоната натрия № 1, мл	Вода, мл	Содержание гидрокарбоната натрия в аликвоте градуировочного раствора 1 мл, мкг
1	2	3	4
1	0	15,0	0
2	0,1	14,9	5

Продолжение таблицы 2

1	2	3	4
3	0,2	14,8	10
4	0,4	14,6	20
5	0,6	14,4	30
6	0,8	14,2	40
7	1,0	14,0	50

Стандартные растворы гидрокарбоната натрия наносят на фильтры АФА-ВП, смачивают их 0,5 мл спирта и смывают трижды по 5 мл горячей водой. После охлаждения растворов объем доводят до 15 мл, отбирают по 1 мл и помещают в стакан из термостойкого стекла вместимостью 50 мл. Во все стаканы добавляют по 0,5 мл 0,04 н хлористоводородной кислоты и выпаривают раствор досуха на песочной бане, хорошо прокаливая стаканы. В остывшие стаканы добавляют 5 мл реактивного раствора. Подготовленные градуировочные растворы перемешивают и измеряют оптическую плотность на фотоколориметре при 490 нм. Измерение проводят в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (раствор № 1 по табл.). Окраска шкалы устойчива в течение часа. 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 градуировочного графика проводится 1 раз в 3 месяца или в случае использования новой партии реактивов.

Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в стакан и обрабаты-

вают 0,5 мл спирта и трижды горячей водой по 5 мл, смывы сливают вместе и после остывания доводят объем до 15 мл. Отбирают по 1 мл пробы, и вносят в стакан из термостойкого стекла вместимостью 50 мл, добавляют 0,5 мл 0,04 н хлористоводородной кислоты, выпаривают досуха на песочной бане, хорошо прокаливая стаканы. К остывшим пробам добавляют 5 мл реактивного раствора. Оптическую плотность раствора пробы измеряют аналогично градуировочным растворам по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробам.

Количественное определение гидрокарбоната натрия проводят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации

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

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

а - содержание гидрокарбоната натрия 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 (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