

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ
В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ**

Выпуск 21/1

Москва 1987

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

ВЫПУСК 21/1

Москва 1987

Сборник Методических Указаний составлен методической секцией по промышленной токсикологии при Проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профпатологии"

Настоящие Методические указания распространяются на измерение концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны при санитарном контроле.

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

УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного Государственного санитарного врача СССР

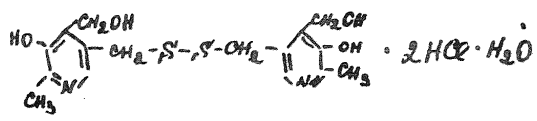
А.И. Заиченко

6 ноября 1986 г.

№ 4205-86

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по фотометрическому измерению концентраций бис-(2-метил-3-окси-4-оксиметил-5-метилпиридия) дисульфида дигидрохлорида (пиридитол) в воздухе рабочей зоны.



М.м. 459,4

Пиридитол - белый или с желтоватым оттенком кристаллический порошок, температура плавления - 138-139°C. Легко растворим в воде, мало - в спирте, в маслах и хлороформе не растворим. В воздухе находится в виде аэрозоля.

Малоопасное соединение при введении в желудок (I V класс опасности), не обладает раздражающим действием. Проявляет слабое sensibilizing действие. ОБУ в воздухе рабочей зоны - 3 мг/м³.

Характеристика метода.

Определение основано на способности пиридитола вступать в реакцию с диазотированным бензидином и гидроокисью натрия с обра-

зобанием продукта красного цвета.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтры.

Предел измерения - 12,5 мкг в анализируемом объеме пробы.

Предел измерения в воздухе - 1,0 мг/м³ (при отборе 25 л).

Диапазон измеряемых концентраций от 1,0 до 20 мг/м³.

Метод специфичен в условиях производства.

Суммарная погрешность не превышает $\pm 20\%$.

Время выполнения измерения 20 мин, включая отбор пробы

Реактивы, растворы и материалы.

Пиридитол, фармакопейный.

Стандартный раствор пиридитола № 1.

Навеску 0,25 г пиридитола переносят в мерную колбу на 100 мл и растворяют в дистиллированной воде, объем которой доводят до метки. Концентрация раствора - 2500 мкг/мл. Срок хранения - 1 месяц.

Стандартный раствор № 2, содержащий 25 мкг/мл пиридитола готовят разбавлением раствора № 1 дистиллированной водой в 100 раз.

Бензидин ТУ 6-09-4221-76, 0,1%-ный раствор.

Навеску 0,10 г растворяют в 10 мл диметилформамида и к полученному раствору прибавляют 90 мл воды. Срок хранения раствора - 1 месяц в темном прохладном месте.

Диметилформамид ГОСТ 20283-74 х.ч.

Натрий азотистокислый, ГОСТ 4197-74 ч.д.а. 1%-ный р-р.

Срок хранения 10 дней в темном прохладном месте.

Соляная кислота ГОСТ 3116-77 ч.д.а. 0,1 N раствор.

Натрий гидроксид ГОСТ 4328-77 ч.д.а. 0,1 N раствор.

Фильтры АФА-ВП-10.

Приборы, аппаратура, посуда.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Мерные колбы вместимостью 25, 100, 250, 1000 мл ГОСТ 1770-74.

Пипетки ГОСТ 20292-74 вместимостью 1, 2, 5 и 10 мл.

Стаканы, вместимостью 50 мл, ГОСТ 19906-60.

Отбор пробы воздуха.

Исследуемый воздух со скоростью 10 л/мин аспирируют через фильтр АФА-НП-10. Для определения 1/2 ПДК необходимо отобрать 17 л воздуха. Срок хранения отобранных проб - 3 недели.

Подготовка к измерению.

В мерную колбу вместимостью 25 мл приливают 3 мл 0,1% раствора бензидина, 2 мл 0,1N раствора соляной кислоты, 1 мл 1% раствора нитрита натрия, перемешивают и оставляют на 1 минуту. Приливают определенный объем стандартного раствора пиридитола № 2, согласно приведенной таблице. Перемешивают, прибавляют 1,5 мл 0,1 N раствора гидроокиси натрия и 1 мл 0,1 N раствора соляной кислоты. Доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают и измеряют оптическую плотность на спектрофотометре при длине волны 540 нм или на фотоэлектроколориметре с использованием зеленого светофильтра. Измерение проводят в кюветках с толщиной поглощающего ^{слоя} 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащего пиридитола (раствор № 1 по табл.). Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс - соответ-

ветствующие им величины содержания вещества в градуировочном (в мкг) растворе.

Таблица 2

Номер стандарта	Шкала стандартов	
	Стандартный раствор пиридитола № 2, мл	Содержание пиридитола, мкг
1	0	0
2	0,5	12,5
3	1	25
4	2	50
5	4	100
6	6	150
7	8	200
8	10	250

Проведение измерения.

Фильтр с отобранной пробой переносят в стакан и извлекают пиридитол 10 мл теплой дистиллированной воды, прибавляя ее небольшими порциями при встряхивании. Отбирают аликвоту фильтрата объемом 5 мл, приливают все реактивы в той же последовательности как и при построении градуировочного графика и объем доводят водой до метки в мерной колбе на 25 мл. Оптическую плотность полученного анализируемого раствора пробы измеряют аналогично градуировочным растворам по сравнению с контролем, который готовят одновременно и аналогично пробе.

Количественное содержание вещества в мкг в анализируемой пробе находят по предварительно построенному градуировочному графику.

Расчет концентрации.

Концентрацию пиридитола (С) в воздухе ($\text{мг}/\text{м}^3$) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{\alpha \cdot \ell}{\delta \cdot V}$$

- α - содержание пиридитола в анализируемом объеме пробы, найденное по градуировочному графику, мкг ;
 ℓ - общий объем раствора пробы, мл ;
 δ - объем раствора пробы, взятый для анализа, мл ;
 V - объем воздуха (в л), отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (см. Приложение I).

Приложение I

Приведение объема воздуха к стандартным условиям проводят по следующей формуле:

$$V_{20} = \frac{V \cdot (273 + 20) \cdot p}{(273 + t^{\circ}) \cdot 101,33}, \quad \text{где}$$

V - 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_{20} следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить V на соответствующий коэффициент.

Коэффициент К для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°C	Давление P, 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	101,59/760	101,86/760
-30	1,1882	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-26	1,1593	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1706	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	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	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	1,0936	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	0,9999	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	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	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	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+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	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

П Е Р Е Ч Е Н Ь

учреждения представивших Методические указания
по измерению концентрации вредных веществ в
воздухе

№ : пп : :	Методические указания	: : :	Учреждения, представ- ившие Методические ука- зания
1 :	2	:	3
1.:	Фотометрическое измерение концентрации: алкилпропилендиамин	:	Медицинский институт г. Ростов-на-Дону
2.:	Фотометрическое измерение концентрации: бис-(2-метил-3-окси-4-оксиметил-5-ме- тилпиридин) дисульфида дигидрохлорида (пиридитол)	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва Медицинский институт г.Курск
3.:	Газохроматографическое измерение кон- центрации бутоксибутенина	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва ГОСНИИ метанолпроект
4.:	Фотометрическое измерение концентрации: 1,10 декандикарбоновой кислоты (1,10 ДДК)	:	ГорСЭС, г. Москва
5.:	Фотометрическое измерение концентрации: диборида магния, диборида титана-хрома и металлокерамического сплава (на осно- ве диборида титана-хрома)	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Свердловск
6.:	Фотометрическое измерение концентрации: диморфолинфенилметана (ингибитора ВНХ-Л-20)	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Ижевск
7.:	Газохроматографическое измерение кон- центрации метилизобутилкарбонила	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва

1 :	2	:	3
8. : Газохроматографическое измерение концентрации метилцеллолозы	Киевский филиал : ГОСНИИхлорпроект : г.Киев	:	
9. : Пламеннофотометрическое измерение концентрации стронция фосфорнокислого двухзамещенного	: Медицинский институт г. Ставрополь	:	
10. : Газохроматографическое измерение концентрации фенола	: НИИ гигиены труда и : профзаболеваний : АМН СССР, г.Москва : ГорСЭС, г.Москва	:	
11. : Газохроматографическое измерение концентрации циклодеканола и циклодекана	: Рязанский медицинский институт	:	
12. : Газохроматографическое измерение концентрации денацила и додецилового спирта	: ГорСЭС, г.Москва	:	
13. : Спектрофотометрическое измерение концентрации диэтилентриаминпентаацетата меди тринатриевой соли	: Армянский НИИ : ГТ и ПЗ	:	
14. : Газохроматографическое измерение концентрации карбамил-3(5)-метилпиразола	: НИИ гигиены им.Ф.Ф. : Эрисмана, ВНИИХСЭР	:	
15. : Газохроматографическое измерение концентрации триметилфосфита	: ГорСЭС, Москва	:	
16. : Фотометрическое измерение концентрации цинкового комплекса нитрилотрифенилфосфоновой кислоты тринатриевой соли и расторможенного железного комплекса нитрилотриметилфосфоновой кислоты динатриевой соли	: НИИ гигиены труда и : профзаболеваний АМН СССР	:	
17. : Газохроматографическое измерение концентрации ангидрида триэтиловой кислоты	: Уфимский НИИ НЕФТЕХИМ	:	
18. : Газохроматографическое измерение концентрации Бис-N,N-гексаметиленкарбамида (карбоксида)	: Рижский медицинский институт	:	

I :	2	:
20. : Хроматографическое измерение концентрации Бис-фосфита	Львовский : медицинститут	:
21. : Газохроматографическое измерение концентрации диметилсебакината	Ростовский-на-Дону : медицинститут	:
22. : Газохроматографическое измерение концентрации диметилфосфита	Львовский : медицинститут	:
23. : Газохроматографическое измерение концентрации рации изопропенилацетилена	НИИ ГТ и ПЗ : АМН СССР : НПО "НАИРИТ" : г.Ереван	:
24. : Фотометрическое измерение концентрации красной и желтой кровяной соли	Донецкий : медицинститут	:
25. : Фотометрическое измерение концентрации ламинофора Р-385	Ставропольский : медицинститут	:
26. : Газохроматографическое измерение концентрации трация монобензилтолуола	Донецкий : медицинститут	:
27. : Фотометрическое измерение концентрации 3-нитро-4-хлоранилина	Казанский университет : ситет Н.И.Савельева : ва	:
28. : Пламенно-фотометрическое измерение концентрации растворимых соединений рубидия	Г-ня Московский : медицинститут	:
29. : Хроматографическое измерение концентрации триотреххлористого фосфора	Львовский : медицинститут	:
30. : Газохроматографическое измерение концентрации рация триметилового кислоты	Уфимский : НИИНЕФТЕХИМ	:
31. : Хроматографическое измерение концентрации триметилфосфита	Львовский : медицинститут	:
32. : Газохроматографическое измерение концентрации трация триэтилортоацетата	Университет : друзья народов : им. П.Лумумбы	:
33. : Газохроматографическое измерение концентрации трация 3-феноксидбензальдегида	Университет : друзья народов : им. П.Лумумбы	:
34. : Флуориметрическое измерение концентрации фенилбута	Рижский медицинститут	:

I :	2	:	3
35.: Полярографическое измерение концентрации: : фосфида цинка			ЦОЛИУВ, Москва : Киевский НИИ ГТ и ПЭ
36.: Фотометрическое измерение концентрации : : фталазола			ВНИХФИ, г.Купавна
37.: Хроматографическое измерение концентра- : ции хардина			Львовский : мединститут
38.: Фотометрическое измерение концентрации : : хлористого аммония			Армянский : НИИ ГТ и ПЭ
39.: Газохроматографическое измерение кон- : центрации циклогесена			НИИ ГТ и ПЭ

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным
методическим указаниям

Наименование вещества	Методические Указания
I	2
Сополимеры и полимеры на основе акриловых и метакриловых мономеров	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок М., 1981, с. 235 (перезданный сборник МУ, выпуски 1-5)
Полиамфолиты ПА-I, ПА-III, ПА-12I	- " -
лагоден	- " -
оксалон	- " -
катализатор ИМ-220I	Методические указания на фотометрическое определение окиси хрома, выпуск М., 1979, с. 108
Титана сульфид и дисульфид	Методические указания по полярографическому измерению вольфрама в воздухе рабочей зоны, выпуск XIX, М., 1984, с. 13
Вольфрама сульфид и дисульфид	Методические указания по полярографическому измерению концентраций титана в воздухе рабочей зоны, выпуск XIX, М., 1984, с. 129
Сварочный аэрозоль при содержании марганца до 20 %	Методические указания на определение вредных веществ в сварочном аэрозоле (твердая фаза и газы), М., 1981, с.
Сварочный аэрозоль при содержании марганца от 20 до 30 %	:

Указатель определяемых веществ

- Алкилдифенилоксид (Алотерм-1) 86
 Алкилпропилендиамин I
 Ангидрид тримеллитовой кислоты 91
 Бис-*N,N*-гексаметиленкарбамид (карбоксид) 96
 Бис- (2-метил-3-окси-4-оксиметил-5-метилпиридил) дисульфида
 гидрокорида (пиридитол) 5
 Бис-фосфит 102
 Бутоксипутения 10
 1,10-декандикарбоновая кислота 17
 Девацна 58
 Диборид магния 22
 Диборид титана-хрома 22
 Диметилсебацнат 107
 Диметилфосфит 112
 Диорфуолифенилметан (ингибитор ВНХ-А 20) 27
 Диэтилентриаминпентаацетата меди тринатриевая соль 64
 Диэтиловый спирт 58
 Изопропилацетилен 118
 Карбамид-3(5)-метилпиразол 70
 Красная и желтая крованая соль 122
 Лавинофор Р-385 127
 Метилдизобутилкарбамид 32
 Метилцеллозоль 36
 Метобензилтолуол 132
 3-эстро-4-хлоранилин 137
 Рудидия растворимые соединения 145
 Стронция фосфорнокислая двузамещенная 42
 Тетрахлористый фосфор 150
 Тримеллитовая кислота 154
 Триметилфосфит 75
 Триэтилортоацетат 165
 Фикетол 46
 Фенибут 173
 3-феноксибензальдегид 169
 Сульфид цинка 178
 Фтаказол 184

Харшин 189

Хлористый аммоний 193

Циклодеканол 50

Циклодеканон 50

Циклогексен 198

Цинковый комплекс нитрилотрифенилфосфоновой кислоты
тринатриевой соли и растворимого железного комплекса
нитрилотриметилфосфоновой кислоты динатриевой соли 80

Содержание.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации алкилпропилендиаминна в воздухе рабочей зоны	1
2. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации бис-(2-метил-3-окси-4-оксиметил-4-метилпиридин) дисульфида дигидрохлорида (пиридитол) в воздухе рабочей зоны	5
3. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации бутоскибутенина в воздухе рабочей зоны	10
4. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации I, IO декандикарбоновой кислоты (I, IO ДДК) в воздухе рабочей зоны	17
5. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации диборида магния, диборида титана-хрома и металллокерамического сплава (на основе диборида титана-хрома) в воздухе рабочей зоны	22
6. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации диморфолинфенилметана (ингибитор ИХ-Л-20) в воздухе рабочей зоны	27
7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации метилизобутилкарбинола в воздухе рабочей зоны	32
8. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации метилцеллозолва в воздухе рабочей зоны	36
9. Методические указания по пламенифотометрическому измерению концентраций стронция фосфорнокислого двуазмешенного в воздухе рабочей зоны	42
10. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации фенетол в воздухе рабочей зоны	46
II. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций циклодеканола и циклодеканола в воздухе рабочей зоны	50

12. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации денацила и додецилового спирта в воздухе рабочей зоны 58
13. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентрации диэтилентриаминпентацетата меди тринатриевой соли (ДТПА Zn) в воздухе рабочей зоны 64
14. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации карбамоил-3(5)-метилпиразола в воздухе рабочей зоны 70
15. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации триметилфосфита в воздухе рабочей зоны 75
16. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации цинкового комплекса нитрилотрифенилфосфоново́й кислоты тринатриевой соли и растворимого железного комплекса нитрилотриметилфосфоново́й кислоты динатриевой соли в воздухе рабочей зоны 80
17. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций алкилди́фенилосидов (Алотерма-I) в воздухе рабочей зоны 86
18. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентрации тримеллитовой кислоты в воздухе рабочей зоны 91
19. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации бис- M -гексаметиленкарбамида (карбоксида) в воздухе рабочей зоны 96
20. Методические указания по измерению концентраций бис-фосфита в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии 102
21. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации диметиласебацната в воздухе рабочей зоны 107
22. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации диметилфосфита в воздухе рабочей зоны 112

23. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации изопропенилацетилена в воздухе рабочей зоны 116
24. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации красной и желтой кровяной соли в воздухе рабочей зоны 122
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации ламинофора Р-385 в воздухе рабочей зоны 127
26. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации монобензилтолуола (МБТ) в воздухе рабочей зоны 132
27. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3 нитро-4-хлоранилина в воздухе рабочей зоны 137
28. Методические указания по пламенно-фотометрическому измерению концентрации растворимых соединений рублидия в воздухе рабочей зоны 145
29. Методические указания по измерению концентрации тиотрихлористого фосфора методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны 150
30. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации тримеллитовой кислоты в воздухе рабочей зоны 154
31. Методические указания по измерению концентрации трифенилфосфита методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны 161
32. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации триэтилортоацетата (ТЭОА) в воздухе рабочей зоны 165
33. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации 3-феноксibenзальдегида (3-ФБА) в воздухе рабочей зоны 169
34. Методические указания по флуориметрическому измерению концентрации фенибута в воздухе рабочей зоны 173
35. Методические указания по полярографическому измерению концентрации фосфида цинка в воздухе рабочей зоны 178

36. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации фталазола в воздухе рабочей зоны	184
37. Методические указания по измерению концентрации хаюдина в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии	189
38. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации хлористого аммония в воздухе рабочей зоны	193
39. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации циклогексена в воздухе рабочей зоны	198
40. Приложение I	202
41. Приложение 2	203
42. Приложение 3	204
43. Приложение 4	208
44. Приложение 5	209