

# **Спектрофотометрическое измерение концентраций сибазона в воздухе рабочей зоны**

**Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации**

## **4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

### **Спектрофотометрическое измерение концентраций сибазона в воздухе рабочей зоны**

**МУК 4.1.0.393-96**

**Минздрав России**

**Москва · 1999**

1. Методические указания разработаны с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочно безопасным уровням воздействия (ОБУВ) - санитарно-гигиеническим нормативам и являются обязательными при осуществлении санитарного контроля.

2. Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 32) утверждены и. о. Председателя Госкомсанэпиднадзора России - заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации 8 июня 1996 г.

3. Введены впервые.

4. Включенные в данный выпуск методики контроля разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТа 12.1.005-88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТа 12.1.016-79 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ», ГОСТа Р 1.5-92 п. 7.3, ГОСТа 8.101-90 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений». Методические указания одобрены комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Госкомсанэпиднадзора России и Проблемной комиссией «Научные основы гигиены труда и профпатологии».

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 32) предназначены для центров Госсанэпиднадзора, санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также заинтересованных министерств и ведомств.

Ответственный исполнитель: Г.А. Дьякова

Исполнители: Г.А. Дьякова, Л.Г. Макеева, Е.М. Малинина, С.М. Попова, Н.С. Горячев, М.И. Аржанова, Т.В. Рязанцева, Е.Н. Грицун.

**УТВЕРЖДЕНО**

И. о. Председателя Госкомсанэпиднадзора

России - заместителем Главного  
государственного санитарного врача

Российской Федерации

Г.Г. Онищенко

8 июня 1996 г.

**МУК 4.1.0.393-96**

Дата введения: с момента утверждения

## **4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

### **Спектрофотометрическое измерение концентраций сибазона в воздухе рабочей зоны**

**М. м. 284,75**

Сибазон - белый или белый со слабым желтоватым оттенком кристаллический порошок без запаха. Практически не растворим в воде; трудно растворим в эфире, этаноле; легко - в хлороформе. Т<sub>пл.</sub> - 130 - 134 °C.

В воздухе находится в виде аэрозоля.

Оказывает токсическое влияние на печень и центральную нервную систему, раздражающим действием на кожу не обладает, не проявляет кожно-резорбтивных и сенсибилизирующих свойств.

ОБУВ в воздухе - 0,2 мг/м<sup>3</sup>.

#### **Характеристика метода**

Метод основан на измерении светопоглощения растворов сибазона в растворе соляной кислоты при длине волны 285 нм.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтры АФА.

Нижний предел измерения содержания сибазона в анализируемом объеме раствора - 20 мкг.

Нижний предел измерения концентрации сибазона в воздухе - 0,1 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 200 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 0,1 до 0,8 мг/м<sup>3</sup>.

Метод избирателен на стадиях сушки и фасовки продукта.

Суммарная погрешность измерения не превышает ±16 %.

Время выполнения измерения, включая отбор проб - 20 мин.

#### Приборы, аппаратура, посуда

Спектрофотометр

Аспирационное устройство

Фильтродержатели

ТУ 95.72.05-77

Колбы мерные, вместимостью 100 мл

ГОСТ 1770-74

Пипетки, вместимостью 1, 2, 10 мл

ГОСТ 20292-74

Пробирки мерные, вместимостью 10 мл

ГОСТ 1770-74

#### Реактивы, растворы и материалы

Сибазон, ФС-42-2009-83

Стандартный раствор с концентрацией сибазона 200 мкг/мл готовят растворением 0,0200 г сибазона в растворе соляной кислоты в мерной колбе, вместимостью 100 мл. Раствор устойчив в течение 2-х часов при хранении в темном месте.

Кислота соляная, 0,5 н раствор

ГОСТ 3118-77

Фильтры АФА-ВП-10

ТУ 95-743-80

#### Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 20 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-10, помещенный в фильтродержателе. Для измерения 1/2 ОБУВ следует отобрать 200 л воздуха. Отобранные пробы хранят в темном месте в течение месяца.

#### Подготовка к измерению

Градуировочные растворы (устойчивы в течение 1,5 часа) готовят согласно таблице.

Таблица

#### Шкала градуировочных растворов

| Номер стандарта | Стандартный раствор сибазона, мл | Раствор соляной кислоты | Содержание сибазона, мкг |
|-----------------|----------------------------------|-------------------------|--------------------------|
| 1               | 0                                | 10,0                    | 0                        |
| 2               | 0,1                              | 9,9                     | 20                       |
| 3               | 0,2                              | 9,8                     | 40                       |
| 4               | 0,3                              | 9,7                     | 60                       |
| 5               | 0,4                              | 9,6                     | 80                       |
| 6               | 0,5                              | 9,5                     | 100                      |
| 7               | 0,6                              | 9,4                     | 120                      |
| 8               | 0,8                              | 9,2                     | 160                      |

Подготовленные градуировочные растворы перемешивают и измеряют величину оптической плотности на спектрофотометре при длине волны 285 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 10 мм по отношению к раствору сравнения, не содержащему определяемого вещества (стандарт № 1 по таблице).

Строят градуировочный график: на ось ординат наносят значения оптических плотностей градуировочных растворов, на ось абсцисс - соответствующие им величины содержания сибазона в градуировочных растворах (в мкг).

Проверка градуировочного графика проводится раз в три месяца или в случае использования новой партии реагентов.

#### Проведение измерения

Фильтр с пробой помещают в пробирку, приливают 10 мл раствора соляной кислоты, растворяют пробу при перемешивании в течение 3 мин. Затем фильтр извлекают и измеряют величину оптической плотности полученного анализируемого раствора пробы аналогично градуировочным растворам по отношению к раствору сравнения, который готовят одновременно и аналогично пробе, обработкой чистого фильтра.

Степень десорбции сибазона составляет 98,5 %.

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

#### Расчет концентрации

Концентрацию сибазона (C) в воздухе (мг/м<sup>3</sup>) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a}{V}, \text{ где}$$

*a* - содержание сибазона в анализируемом объеме раствора пробы, найденное по градуировочному графику, мкг;

*V* - объем воздуха, отобранного для анализа и приведенного к стандартным условиям, л ( см. приложение 1 ).

*Методические указания разработаны Новокузнецким НИХФИ.*

## Приложение 1

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 20 °С и давление 760 мм рт. ст.) проводят по формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t(273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101,33}, \text{ где}$$

*V<sub>t</sub>* - 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<sub>20</sub>* следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить *V<sub>t</sub>* на соответствующий коэффициент.

## Приложение 2

### Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

| °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     | 1,2038     | 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    | 1,1158   | 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    | 1,0986    | 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                     | 0,9999    | 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   | 0,9783    | 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    | 0,9555    | 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   | 0,9199    | 0,9248    | 0,9297  | 0,9347     | 0,9397     | 0,9421     | 0,9471     |

## Приложение 3

### Вещества, определяемые по ранее утвержденным методическим указаниям по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

| Определяемое вещество   | Ссылка на источник   |
|---|--|
| Аммония полифосфат  | Методические указания на фотометрическое определение аммиака в воздухе, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 58  |
| Алюминия сульфат  | Методические указания на фотометрическое определение алюминия, окиси алюминия и алюменикелевого катализатора в воздухе, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 3                               |
| 2,5-бифенилилендиацетат   | Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235                            |
| Винидат   | Методические указания по измерению концентраций сульфата калия, калийной магнезии и хлорида калия в воздухе рабочей зоны методом пламенной фотометрии, в. 22. - М., 1988. - С. 182 |
| Диэтилентриамин   | Методические указания по фотометрическому измерению концентраций третичных жирных аминов и аминоспиртов в воздухе рабочей зоны, в. 19. - М., 1984. - С. 137                        |
| Дубитель хромовый   | Методические указания на фотометрическое определение окиси хрома в воздухе рабочей зоны, в. 14. - М., 1979. - С. 108   |
| Дуниты  | Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235                            |
| Кобазол   | Методические указания по фотометрическому определению кобальта, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 14  |
| Кремния карбид  | Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235                            |
| Полибутилентерфталат  | Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235                            |
| Полимер кубовых остатков ректификации стирола (термополимер «КОРС») | Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235                            |
| В-фенилэтиламилдхорускусная кислота (контроль по бензолу)           | Методические указания по газохроматографическому измерению ацетона, дихлорметана, дихлорэтана, трихлорэтилена, бензола в воздухе рабочей зоны, в. 9. - М., 1986. - С. 23           |

Фториды редкоземельных металлов

Методические указания по ионометрическому измерению концентраций солей фтористоводородной кислоты, в. 21. - М., 1986. - С. 269

Хлопковая мука

Методические указания по фотометрическому определению БВК в воздухе рабочей зоны, в. 18. - М., 1983. - С. 139

Целлюлоза микрокристаллическая

Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235

Приложение 4

**Рис. 1**

Ловушка-концентратор. Общий вид

**Рис. 2**

Ловушка-концентратор