

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/1

Москва - 1988

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/1

Москва - 1988

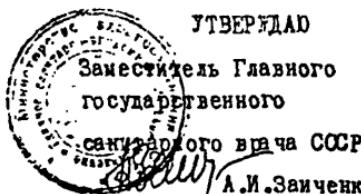
Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для санитарно-эпидемиологических стаций и санитарных лабораторий на промышленных предприятиях при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских 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 12.1.005-76 "ССБТ. Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования" и ГОСТ 12.1.016-79 "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.Льякова, К.М.Грачева, В.Г.Овечкин.

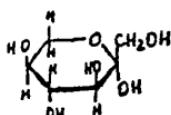
Настоящие методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.



"II" декабря 1987 г.

№ 4458-87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
L-Сорбозы В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м. 180,16

L-сорбоза - твёрдое вещество, т.пл. 159-161°C, хорошо растворимо в воде, плохо в этиловом спирте, нерастворимо в эфире, удельное вращение водного раствора $[\alpha]_D^{20}$ равно 43^0 , не обладает мутаротацией. В кристаллической форме *L*-сорбоза имеет пиранозную структуру.

В воздухе *L*-сорбоза находится в виде аэрозоля, относится к малотоксичным веществам.

ПДК 10 мг/м³.

Характеристика метода

Метод основан на деструкции *L*-сорбозы до 5-оксиметилфуранола при нагревании в среде разбавленной минеральной кислоты, экстракции полученного продукта толуолом и измерении его массы с помощью хроматографа с детектором по захвату электронов.

Стбор проб воздуха с концентрированием на фильтр АФА-ВП-10.

Нижний предел измерения L -сорбозы 0,01 мкг в анализируемом объеме пробы.

Нижний предел измерения L -сорбозы в воздухе 5 мг/м³ (при стбоге 10 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций от 5 до 125 мг/м³.

Определению не мешают витамин С, пентозы, мешают определению гексозы.

Суммарная погрешность не превышает $\pm 25\%$.

Время выполнения анализа 35 мин, включая отбор пробы.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф "Газохром II06-Э" с детектором по захвату электронов или прибор другой марки с аналогичным детектором.

Хроматографическая колонка из стекла (2 и x 3 мм).

Аспирационное устройство.

Фильтродержатель ТУ 95.72.05-77.

Колбы мерные ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 мл.

Колбы конические, плоскодонные, с пришлифованными стеклянными пробками, с диаметром дна 37-45 мм и вместимостью 40-55 мл.

Стеклянная посуда на шлифах для перегонки растворителя.

Пипетки ГОСТ 20292-74, вместимостью 1 и 5 мл с делениями.

Боксы ГОСТ 7148-70.

Микрошприц МШ-10, ГОСТ 8043-74.

Секундомер ГОСТ 5072-79.

Линейка измерительная ГОСТ 427-75.

Пробирки со стеклянными пришлифованными пробками вместимостью около 10 мл и диаметром менее 10 мм.

Реактивы, растворы и материалы.

Соляная кислота, ГОСТ 3118-77, чда или хч, уд. вес 1,19.

Натрий хлористый, ГОСТ 4233-77, чда или хч.

Калия гидрооксид (кали едкое), ГОСТ 4203-65, чда или хч.

Толуол, ГОСТ 5789-78, чда. Перед проведением анализа толуол очищают следующим образом: к 1 л толуола добавляют 70 г едкого калия, кипятят с обратным холодильником 4 ч и затем перегоняют. Очищенный толуол хранится в холодильнике 1 месяц, а потом снова его очищают от примесей.

Спирт этиловый, ректифицированный, ГОСТ 5963-67,

Насадка для хроматографической колонки - хроматон N-AW DMCS с 15% апнезона L (размеры частиц 0,25-0,315 мм), ЧССР, фирма "Хемпол".

Азот особой чистоты, ГОСТ 9293-74, в баллоне с редуктором.

Фильтр АФА-ВП-10.

L-сорбоза, чистота не менее 95%.

В мерной колбе вместимостью 25 мл растворяют 12,5 мг L-сорбозы в 25 мл дистиллированной воды. Получают раствор с концентрацией L-сорбозы 0,5 мг/мл. Аликвотную часть раствора, равную 3 мл переносят в сухую плоскодонную коническую колбу с пришлифованной стеклянной пробкой, в которую предварительно помещают примерно 0,8 г хлористого натрия. Содержимое колбы перемешивают, добавляют в нее 3 мл концентрированной соляной кислоты, 3 мл очищенного толуола, снова перемешивают и нагревают 10 мин на предварительно нагретом до 95-100°C песчаной бане. Коническую колбу погружают в песок на глубину примерно 3-4 мм. Через 10 мин содержимое колбы охлаждают в бане с холодной водой и переносят верхний, толуольный слой в узкую пробирку с пришлифованной стеклянной пробкой, вместимостью 5-10 мл. В 3 мл толуольного раствора (стандартный раствор № I) концентрация продукта деструкции соответствует 0,5 мг/мл L-сорбозы.

Разбавлением очищенным толуолом стандартного раствора № I готовят градиуровочные растворы. Раствор с концентрацией вещества 0,25 мг/мл готовят добавлением 1 мл толуола к 1 мл стандартного раствора № I;

0,1 мг/мл - добавлением 2 мл толуола к 0,5 мл стандартного раствора № 1; 0,05 мг/мл (стандартный раствор № 2) - добавлением 4,5 мл толуола к 0,5 мл стандартного раствора № 1; 0,025 мг/мл - добавлением 1 мл толуола к 1 мл стандартного раствора № 2; 0,01 мг/мл - добавлением 4 мл толуола к 1 мл стандартного раствора № 2.

Водный раствор *L*-сорбозы в холодильнике хранится 2 недели, а толуольные растворы продукта лестругии - сутки.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объёмной скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр АФ-ЯП-10, закреплённый в фильтродержателе.

Для измерения 0,5 ПДК следует отобрать 10 л воздуха. Пробы, отобранные на фильтр, можно хранить в сухом месте несколько месяцев.

Проведение измерения

Фильтр из фильтродержателя при помощи пинцета и стеклянной палочки помещают в бокс, обрабатывают 0,1-0,2 мл этилового спирта, приливают 5 мл дистиллированной воды и выделяют 10 мин, периодически встряхивая. Затем 3 мл раствора *L*-сорбозы переносят в сухую пласкодонную коническую колбу с притёртой стеклянной пробкой, в которую презервативно насыпают 0,8 г хлористого натрия, туда же добавляют 3 мл концентрированной соляной кислоты, 3 мл очищенного толуола, перемешивают, закрывают пробкой и нагревают на песчаной бане, так же, как и при приготовлении стандартного раствора № 1. Через 10 мин содержащее колбы охлаждают и верхний, толуольный слой, куха ^{переносят} переносят продукт лестругии *L*-сорбозы - 5-оксикетогуарид ^{Гуарид} - узкую пробирку с притёртой стеклянной пробкой. 1 мл этого раствора вводят через самоуплотняющуюся мембрану в испаритель хроматографа, измеряют на полученной хроматограмме высоту пика вещества в градуированному графику находят соответствующую массу *L*-сорбозы в анализируемом образце пробы.

Условия хроматографирования стандартных растворов и анализируемых проб

Температура термостата колонки 150°C .

Температура термостата испарителя 135°C .

Температура термостата детектора 280°C .

Скорость потока газа-носителя азота

через детектор 60 мл/мин

через колонку 30 мл/мин

Скорость протяжки кинаграфической ленты 200 мм/ч.

Объём вводимой пробы 1 мкл.

Время удерживания вещества 4 или 17 с

Предел измерения на блоке ИКТ-05 $50 \times 10^{-12}\text{A}$.

Для построения градуировочной кривой используют растворы продукта деструкции L -сорбозы в толуоле, соответствующие концентрации L -сорбозы 0,01, 0,025, 0,05, 0,1, 0,25 мкг/мл. Из каждого градуировочного раствора в испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану вводят по 1 мкл (не более 5 раз), на полученных хроматограммах измеряют высоту пика вещества, элиминирующегося с колонкой через 4 или 17 с после ввода в испаритель. Затем строят градуировочную кривую, откладывая на оси абсцисс введённые в хроматограф количества вещества, равные 0,01, 0,025, 0,05, 0,1 и 0,25 мкг, а по оси ординат — соответствующие им высоты пиков.

Расчёт концентрации

Концентрацию L -сорбозы "С" в воздухе рабочей зоны (в мкг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \times b}{b \times f'}$$

a — количество вещества, измеренное по градуировочному графику, мкг;

b — общий объём раствора пробы, мл;

- общим раствора, взятый для анализа, т.е.;
- объем воздуха в л, отобранный для анализа и приспособленный к измерительным условиям (см. приложение I).

ПРИЛОЖЕНИЕ I

Справочное

Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79 (температура 20⁰С, давление 760 мм рт.ст.) проводят по следующей формуле:

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

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, ⁰С.

Для удобства расчета V_t следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к температуре 20⁰С 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

°C	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	I, 1582	I, 1646	I, 1709	I, 1772	I, 1836	I, 1899	I, 1963	I, 2026	I, 2058	I, 2122
-26	I, 1393	I, 1456	I, 1519	I, 1581	I, 1644	I, 1705	I, 1768	I, 1831	I, 1862	I, 1925
-22	I, 1212	I, 1274	I, 1336	I, 1396	I, 1458	I, 1519	I, 1581	I, 1643	I, 1673	I, 1735
-18	I, 1036	I, 1097	I, 1159	I, 1218	I, 1278	I, 1338	I, 1399	I, 1460	I, 1490	I, 1551
-14	I, 0866	I, 0926	I, 0986	I, 1045	I, 1105	I, 1164	I, 1224	I, 1284	I, 1313	I, 1373
-10	I, 0701	I, 0760	I, 0819	I, 0877	I, 0936	I, 0994	I, 1053	I, 1112	I, 1141	I, 1200
-6	I, 0540	I, 0599	I, 0657	I, 0714	I, 0772	I, 0829	I, 0887	I, 0945	I, 0974	I, 1032
2	I, 0385	I, 0442	I, 0499	I, 0556	I, 0613	I, 0669	I, 0726	I, 0784	I, 0812	I, 0869
0	I, 0309	I, 0366	I, 0423	I, 0477	I, 0535	I, 0591	I, 0648	I, 0705	I, 0733	I, 0789
-2	I, 0234	I, 0291	I, 0347	I, 0402	I, 0459	I, 0514	I, 0571	I, 0627	I, 0655	I, 0712
6	I, 0087	I, 0143	I, 0198	I, 0253	I, 0309	I, 0363	I, 0419	I, 0475	I, 0502	I, 0557
+10	0, 9944	0, 999	I, 0054	I, 0108	I, 0162	I, 0216	I, 0272	I, 0326	I, 0353	I, 0407
+14	0, 9806	0, 9860	0, 9914	0, 9967	I, 0027	I, 0074	I, 0128	I, 0183	I, 0209	I, 0263
+18	0, 9671	0, 9725	0, 9778	0, 9880	0, 9884	0, 9936	0, 9989	I, 0043	I, 0069	I, 0122
+20	0, 9605	0, 9658	0, 9711	0, 9783	0, 9816	0, 9868	0, 9921	0, 9974	I, 0000	I, 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, 9785
+30	0, 9288	0, 9339	0, 9891	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

Приложение 3

ПЕРЕЧЕНЬ
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 медицинский институт
2	3,3-диметилбутанон-2 (пинаколип)	НИИ химии АН УзССР
3	дисульфид	НИИ лекарств
4	I, I-ди(4-хлорбенокси)-3,3-диметилбутанон-2	НИИ химии АН УзССР
5	изобутиронитрил	Волгоградская обл. СССР
6	3-изоцианотолуол	Горьковский НИИ ГТиПЗ
7	красители активные хлортриазиновые	НИОПИК
8	красители винилсульфоновые	НИОПИК
9	красители дисперсные актракиновые	НИОПИК
10	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 лекарств
I7	L-сорбоза	НИИ ГТиПЗ АН СССР
I8	сульфазин, сульфалиазин серебра, уросульфани	НИИ лекарств
I9	сульфантрол	НИИ лекарств
20	I, 2, 4-триазол	НИИ химии АН УзССР
21	триэтилфосфат	Львовский медицинский институт

1	2	1	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 ГТИВ	

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным
и опубликованным Методическим указаниям

<u>Наименование веществ</u>	<u>Методические указания</u>
I, I, 5-тригидроперфторамилакрилат	МУ на фотометрическое определение фторогорганических соединений в воздухе, 1., 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

Алкнафтен 3**Гидрокарбонат натрия 7****3,3-диметилбутанон-2 12****6,7-диметил-9-(Д-Л-рибитил)изосаллоксазин (рибофлавин) 18****Десульфан 22****1,1-ди(4-хлорfenокси)-3,3-диметилбутанон-2(дихлорфеноксипиридин) 26****Изобутиронитрил 31****3-изоцианотолуол (m-толилизоцианат) 35****Красители: активные ринилсульфоновые 48**

активный красно-фиолетовый 2КТ 44

активные хлортиазиновые 65

дисперсные антрахиноновые 40

дисперсный прочный желтый 2К 44

основные триарилметановые 54

фталоцианиновые 60

Крезидин 70**Моноклоруксусный натрий 76****Натриевая соль полигтaloцианина 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-хлорfenокси)-3,3-диметилбутанон-2 120****1-хлор-(4-хлорfenокси)-3,3-диметилбутанон-2 120****Цванаид кальция 126**

СОДЕРЖАНИЕ

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-І-рибонил)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 1,1-ди(4-хлорбенокси)-3,3-диметилбутанона-2(дихлорбеноксипианолина) 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-изо-бензотолула (и-толитизоианата) 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 актичного 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 ЕТ, 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 хлортiazиновых 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-хлорfenокси)-3,3-диметилбутанона-2 и 1-хлор-(4-хлорfenокси)-3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны .	120
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации пизамида кальция в воздухе рабочей зоны	126
Приложение 1	131
Приложение 2	132
Приложение 3	133
Приложение 4	135
Указатель определяемых веществ	136

1. - 47854 от 23.04.85 п. л. 325 Зак. № 1562 Тип 102
 Типография Министерства здравоохранения СССР