

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 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 индивидуальной 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 методам 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

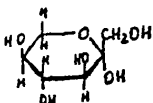
санитарного врача СССР

А.И. Заиченко

" 11 " декабря 1987 г.

№ 4458-87

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



М.м. 180,16

L-сорбоза - твердое 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°, 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-оксиметилфурфуrolа при нагревании в среде разбавленной минеральной кислоты, экстракции полученного продукта толуолом и измерении его массы с помощью хроматографа с детектором по захвату электронов.

Отбор проб воздуха с концентрированием на фильтр АФА-ВР-10.

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

Нижний предел измерения L -сорбозы в воздухе 5 мг/м³ (при отборе 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 II06-3" с детектором по захвату электронов или прибор другой марки с аналогичным детектором.

Хроматографическая колонка из стекла (2 м х 3 мм).

Аспирационное устройство.

Фильтродержатель ТУ 95.72.05-77.

Колбы мерные ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 мл.

Колбы конические, плоскодонные, с притрифованными 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.

Бюксы ГОСТ 7148-70.

Микрошприц МШ-10, ГОСТ 8043-74.

Секундомер ГОСТ 5072-79.

Линейка измерительная ГОСТ 427-75.

Пробирки со стеклянными притрифованными 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.

Калий гидроксид (калий 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, ректификованный, ГОСТ 5963-67,

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

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

Фильтр АФА-ВР-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 1 мл толуольного раствора (стандартный раствор № I) концентрация продукта деструкции соответствует 0,5 мг/мл L-сорбозы.

Разбавлением очищенного толуолом стандартного раствора № I готовят градуировочные 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 востружки - сутки.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемной скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ЭП-10, закрепленный 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 пипетта и стеклянной палочки помещают в бюкс, обрабатывают 0,1-0,2 мл этилового спирта, приливают 5 мл дистиллированной воды и выдерживают 10 мин, периодически встряхивая. Затем 3 мл раствора L-сорбозы переносят в сухую плоскодонную коническую колбу с притертой стеклянной пробкой, в которую предварительно 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 содержимое колбы охлаждают и верхний, толуольный слой, куда переносит продукт востружки L-сорбозы - 5-оксиметилфурфурол⁵, узким пробиркой с притертой стеклянной пробкой. 1 мл этого раствора вводят через самоуплотняющуюся мембрану в испаритель хроматографа, измеряют на полученной хроматограмме высоту пика вещества по градуировочному графику находят соответствующую массу L-сорбозы в анализируемом объеме 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 диаграммной ленты 200 мм/ч.

Объем вводимой пробы 1 мкл.

Время удерживания вещества 4 мин 17 с

Бреда измерения на блоке ИКТ-05 50×10^{-12} А.

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 менее 5 раз), на полученных хроматограммах измеряют высоту пика вещества, элюирующегося с колонки через 4 мин 17 с после ввода в испаритель. Затем строят градуировочную кривую, откладывая на оси абсцисс введенные 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.

Расчет концентрации

Концентрацию *L*-сорбозы "С" в воздухе рабочей зоны (в мкг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \times b}{b \times l \times F}$$

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

b — общий объем раствора пробы, мл;

- объем раствора, взятый для анализа, мл ;
- объем воздуха в л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (см. приложение I).

ПРИЛОЖЕНИЕ I

Справочное

Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79 (температура 20°C, давление 760 мм рт.ст.) проводят по следующей формуле:

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

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, °C.

Для удобства расчета V следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к температуре 20°C 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	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	1,0936	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
2	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
6	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
10	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
14	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
18	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
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	0,9492	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

учреждений, представивших Методические указания
по измерению концентраций вредных веществ в
воздухе."

№ ! п/п!	Наименование вещества	! Учреждения, представив- ! шие Методические указания
1 !	2	3
1	аппетитен	НИОПИК, Донецкий медицинс- титут
2	3,3-диметилбутанол-2 (пинаколин)	НИИ химии АН УзССР
3	дисульфид	НИИ лексредств
4	1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбу- танол-2	НИИ химии АН УзССР
5	изобутиронитрил	Волгоградская обл. СЭС
6	3-изоцианотолуол	Горьковский НИИ ГТяПЗ
7	красители активные хлортриазиновые	НИОПИК
8	красители винилсульфоновые	НИОПИК
9	красители дисперсные атрахиноновые	НИОПИК
10	красители триарилметановые	НИОПИК
11	красители фталоцианиновые	НИОПИК
12	крезидин	НИОПИК
13	натрия гидрокарбонат	Донецкий НИИ ГТяПЗ
14	натрий монохлоруксусный	Уфимский НИИ ГТяПЗ
15	натриевая соль полифталоцианина кобаль- та	Уфимский НИИ ГТяПЗ
16	рибофлавин	НИИ лексредств
17	L-сорбоза	НИИ ГТяПЗ АМН СССР
18	сульфазин, сульфадиазин серебра, уро- сульфид	НИИ лексредств
19	сульфантол	НИИ лексредств
20	1,2,4-триазол	НИИ химии АН УзССР
21	триэтилфосфат	Львовский медицинститут

1	2	1	2
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 ГТИЗ	

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, I., 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

Ацетилфен 3

Гидрокарбонат натрия 7

3,3-диметилбутанон-2 12

6,7-диметил-9-(Д-1-рибитил)изоаллоксазин (рибофлагин) 18

Аксульфам 22

1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2(дихлорфеноксипинаколин) 26

Изобутиронитрил 31

3-изоцианотолуол (и-толилизониат) 35

Красители: активные фенилсульфоновые 48

активный красно-фиолетовый 2КТ 44

активные хлортиазиноновые 65

дисперсные антрахиноновые 40

дисперсный прочный желтый 2Ж 44

основные триарилметановые 54

фталоцианиновые 60

Крездин 70

Монохлоруксусный натрия 76

Натриевая соль полифталоцианина кобальта 81

L-сорбоза 86

Сульфадиазин серебра 92

Сульфазин 92

Сульфантрол 97

1,2,4-триазол 101

Триметилфосфат 110

Уросульфам 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

Цанамид 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-Г-рибозил)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-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2(дихлорфеноксиинаколина) в воздухе рабочей зоны. 26
7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изобутиронитрила в воздухе рабочей зоны. 31
8. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3-изоникотолуола (и-толилisonианата) 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 2Ж 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 хлорфазиноновых 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 <i>L</i> -сорбози 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 пиридина кальция в воздухе рабочей зоны	126
Приложение 1	131
Приложение 2	132
Приложение 3	133
Приложение 4	135
Указатель определяемых веществ	136

1. - 47254 от 28.04.88 г. л. 825 Зак. № 1562 Тир 1000

Типография Министерства здравоохранения СССР