

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по измерению концентраций
вредных веществ в воздухе
рабочей зоны

(переработанные и дополненные техни-
ческие условия, ВЫПУСКИ № 6-7)

Москва, 1982 г.

Сборник методических указаний составлен на основе ранее опубликованных выпусков технических условий №№ 6-7. Включение в сборник методики переработаны в соответствии с требованиями ГОСТа 12.1.005-76. Некоторые устаревшие методики заменены новыми.

Настоящие Методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле и имеют ту же юридическую силу, что и Технические условия.

Методические указания подготовлены сотрудниками лаборатории санитарно-химических методов исследования Института гигиены труда и профессиональных заболеваний АМН СССР.

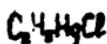
Редакционная коллегия: М.Д.Бабина, С.И.Муравьева,
Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

Утверждал

Заместитель Главного государствен-
ного санитарного врача СССР

(Фото) — А.И. Чиченко
 "12" — 14046 — 1961 г.
 № 8603

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ЭТИЛМЕРКУРЛО-
РИДА (ГРАНЗАНА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



M = 265,13

I. Характеристика метода

Определение основано на выделении образований комплекса при взаимодействии этилмеркурилорида (ЭМК) с дигизоном и последующем хроматографическом определении его в виде дигизоната в тальком альве сорбента.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр в этиловый спирт.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы - 0,25 мкг.

Предел измерения в воздухе - 0,0025 мг/м³ (при отборе 50 л).

Диапазон измеряемых концентраций - 0,0025 - 0,020 мг/м³.

Определение не мешают неорганические соединения ртути и другие тяжелые металлы.

Граница суммарной погрешности измерения гранзана не пре-
вышает $\pm 25\%$.

Предельно допустимая концентрация этилмеркурилорида
в воздухе - 0,005 мг/м³.

2. Реактивы и растворы

Этилмеркурхлорид.

Стандартный раствор ЭМХ, содержащий 1 мг/мл ртути. Готовят растворением 0,132 г ЭМХ в этиловом спирте в мерной колбе, емкостью 100 мл.

Дитизон, ГОСТ 101...-79.

Основной раствор дитизона. В делительную воронку растворяют в хлороформе (50 мл) 50 мг дитизона, прибавляют 200 мл дистилированной воды и 5-10 мл аммиака. Смесь энергично встряхивают в течение 5 минут. После четкого разделения фаз хлороформный слой отбрасывают, водную фазу промывают 20 мл хлороформа, последний удаляют. Трубку делительной воронки высушивают фильтровальной бумагой, прибавляют в воронку 200 мл хлороформа и разбавленную (1:1) соляную кислоту до отчетливо кислой реакции. Смесь встряхивают до тех пор, пока дитизон не перейдет в хлороформ (слой хлороформа при этом окрашивается в темно-зеленый цвет, водная фаза обесцвечивается). Хлороформный раствор отделяют в другую делительную воронку и промывают водой трижды порциями по 50 мл. Затем трубку воронки высушивают фильтровальной бумагой, раствор дитизона в хлороформе сливают в ёмкую склянку. Хранят его в темноте на холода. Раствор устойчив в течение месяца.

Рабочий раствор дитизона (A). К одному объему основного раствора дитизона прибавляют 4 объема хлороформа. Используют свежеприготовленный раствор.

Раствор дитивоната ЭМХ.¹

В делительную воронку ёмкостью 50 мл помещают 10 мл рабочего раствора дитизона (B), затем вносят 0,05 мл стандарт-

вого раствора ЭМК и энергично перемешивают содержимое воронки. Далее прибавляют 25 мл 5% раствора амиака и снова энергично встряхивают до получения прозрачного оранжево-красного нижнего слоя. Трубку делительной воронки высушивают фильтровальной бумагой. Хлороформный раствор дигизоната ЭМК (нижний слой) фильтруют через небольшой слой обезжиренной ваты в трубке воронки переносят в темную склянку. И на этого раствора содержат 5 мкг ртути. Хранят раствор в темноте на холода. Раствор устойчив в течение 5-7 дней.

Аксан нормальный, ТУ 6-09-3375-78.

Спирт этиловый, ректификат, ГОСТ 5962-67.

Амиак водный, ГОСТ 3760-64, 5% раствор.

Хлороформ, ГОСТ 215-74.

Кистота солнечная, ГОСТ 3118-77.

Ацетон, ГОСТ 2603-71.

Силикагель КСК. Товарный силикагель измельчали, просеивали через сито 100 меш. Хранят без доступа влаги.

Кальций сернокислый 4-водный, ПСГ 3210-77, высушенный в сушильном шкафу при температуре 160⁰С в течение 6 часов. Хранят без доступа влаги.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Помогательные сосуды Рихтера, ТУ 25111081-75 (модель 10 Р).

Воронки делительные, ГОСТ 10054-75, емкостью 50 и 500 мл.

Кюбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 10³ мл.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 10, 50 мл.

Ротационный испаритель с набором колб.

Пипетки, ГОСТ 40292-74, емкостью 1,2,5 и 10 мл.

Микропипетки, ГОСТ 1770-74, емкостью 0,1 и 0,2 мл.

Ступка с пестиком, емкостью 100 мл.

Чамера хроматографическая (диаметр 9,5 см, высота 16 см).

Эксикатор для хранения хроматографических пластинок.

Пластинки стеклянные размером 9x12 см.

Насос вакуумный или водоструйный.

Баня водяная.

Хроматографические пластиинки *"Silufol"* или приготовленные в лаборатории. 14 г силикагеля смешивают в ступке с 1 г сернокислого кальция и суспензируют смесь в ступке в 40 мл дистиллированной воды. Полученную суспензию равномерно наносят на 7-8 тщательно вымытых стеклянных пластиинок. Сушен пластиинки при комнатной температуре в течение 17-18 часов, хранят в эксикаторе над слоем осушителя.

Фильтры АФА-ХА-20.

Беззольные фильтры (синяя лента).

4. Проведение измерения.

Условия отбора проб воздуха.

Воздух аспираируют со скоростью 2л/мин через фильтр АФА-ХА-18 или бумажный беззольный фильтр и 3 поглотительных сосуда, содержащих по 20 мл этилового спирта. Во время отбора проб поглотительные приборы необходимо охлаждать погружением в ледяную воду.

Для определения I/2 ПЖК гравозана необходимо отобрать 0,1 воздуха в течение 25 мин.

Условия анализа

Фильтр помещают в стакан, заливают 10-15 мл этилового спирта. Через 15-20 мин экстракт сливают, фильтр промывают несколько раз небольшими порциями спирта и тщательно стирают стеклянной палочкой. Промывную жидкость объединяют с

экстрактом и переносят в колбу для отгонки растворителя, куда помещают также и раствор из поглотительных сосудов. Спирт отгоняют на ротационном испарителе при температуре 40°С до обесцвечивания (0,5-1,0 мл). Остаток растворителя удаляют сжатым продуванием воздуха. К сухому остатку в колбе прибавляют 10 мл рабочего раствора дигидозона (A), перемешивают в течение 2-3 мин и переносят в длительную воронку. Стенки колбы дважды смывают тем же раствором дигидозона порциями по 0,5 мл и переносят промывную жидкость в ту же длительную воронку. Затем в воронку прибавляют 15 мл 5% раствора аммиака и энергично встряхивают 2-3 минуты. После четкого разъединения фаз хлороформный слой (нижний) помещают в фарфоровую чашку емкостью 60 мл и в затемненном месте на воздухе испаряют хлороформ до объема 0,2 мл. Полученный остаток количественно микропипеткой наносят на пластинку (операцию нанесения повторяют 4-5 раз). Рядом с пробой на пластинку наносят 0,05, 0,10, 0,20 мл стандартного раствора дигидозоната ЭМК, что соответствует 0,25, 0,50 и 1,0 мкг ртути. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, куда за 5-10 минут до хроматографирования наливают смесь растворителей *т*-гексан - ацетон (4:1). После подъема фронта растворителя на высоту 10 см от линии старта хроматографирование прекращают. О наличии гранована в пробе свидетельствует появление на хроматограмме желтого пятна дигидозоната ЭМК, R_f 0,58-0,62.

Количество препарата определяют по площади пятна. Для этого вычисляют площадь пятна препарата пробы и площадь пятна стандарта, близкого по интенсивности окраски к пятну препарата пробы. Площадь пятен вычисляют аналогично площади прямоугольника, используя в качестве сомножителей размеры пятна и вертикальной и горизонтальной оси.

Концентрацию гранозана в мг/м³ воздуха (Х) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A \cdot a_1 \cdot b_2 \cdot 1,32}{a_1 \cdot b_1 \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

A - количество ртути в пятне стандарта, близкого по окраске к пятни пробы, мкг;

a_1 - размер пятна стандарта по вертикальной оси, мм;

b_1 - размер пятна стандарта по горизонтальной оси, мм;

a_2 - размер пятна пробы по вертикальной оси, мм;

b_2 - размер пятна пробы по горизонтальной оси, мм;

V_{20} - объем воздуха, л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение I);

1,32 - коэффициент пересчета содержания ртути из гранозан.

Приложение I.

**Формула приведения объема воздуха
к стандартным условиям**

Согласно требованиям ГОСТа И2.1.005-76 объем отобранного воздуха приводят к стандартным условиям – температуре 20⁰С и барометрическому давлению 101,33 кПа /760 мм рт.ст./ по формуле:

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

V_t – объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P – барометрическое давление, кПа;

t – температура в воздухе в месте отбора пробы, ⁰С.

Для упрощения расчетов пользуются коэффициентами K /приложе-
ние 2/, вычисленными для температур в пределах от минус 30 до
плюс 30⁰С и давлений от 97,33 до 101,86 кПа /730-764 мм рт.ст./.

Приложение 2

Коэффициенты К для приведения объема воздуха к стандартным условиям.

°C	Давление Р, кПа/м.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	101,53/760	101,86/764
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2088	1,2122
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1882	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	1,0725	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	1,0665	1,0712
+6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0476	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	0,9820	0,9864	0,9916	0,9969	1,0013	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9863	0,9911	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9952	0,9995
+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	0,9765
+30	0,9286	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9646	0,9670	0,9729
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9596
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9431	0,9471

Приложение 9

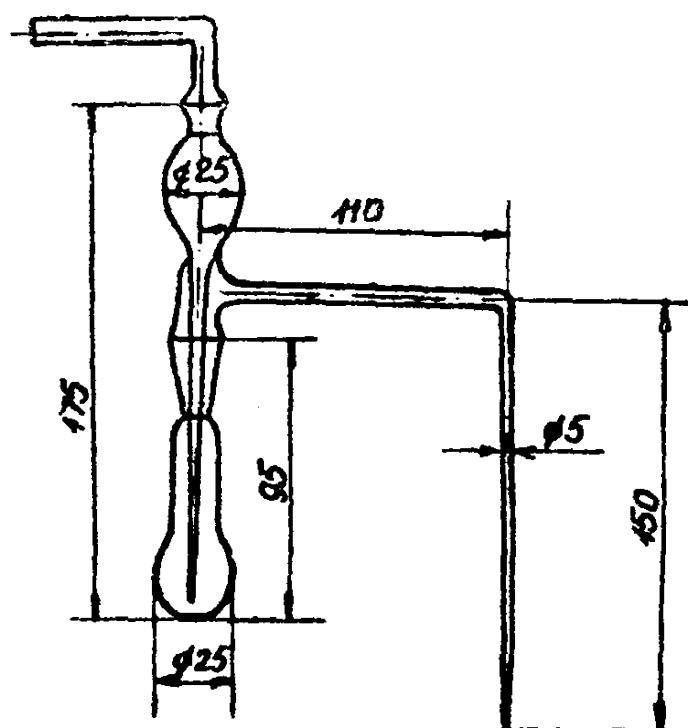
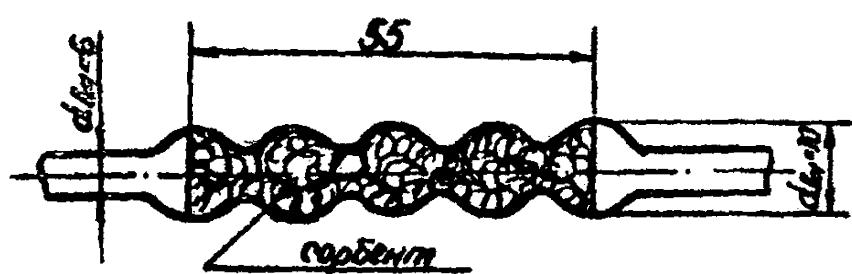


Рис. I Прибор для сожжения хлорорганических ядовитых газов



Фиг. 2 Гофрирование стеклянной трубы

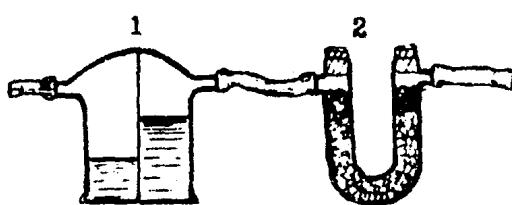


Рис. 3 Очистительная система. 1-склянка Тицяко,
2- поглотитель с натронной известью.

Приложение 4.

Список институтов, представивших новые методики
в данный сборник

Найменование методики	!	Найменование института
1	!	2
Фотометрическое определение акрилонитида		Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение акриловой и метакриловой кислот		" - "
Фотометрическое определение алилового спирта		" - "
Фотометрическое определение хлористого метила и хлористого этила		" - "
Фотометрическое определение 3,4-дихлорпропиона и яида		" - "
Фотометрическое определение толуилендиамина		" - "
Спектрофотометрическое определение карбазола		Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение кротонового альдегида		Штаб военизированных горноспасательных частей Урала /г. Свердловск/
Фотометрическое определение 1- и 2-метилнафтилов		Донецкий институт гигиени труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение аценафтиена		" - "
Фотометрическое определение коллидина		" - "
Газохроматографическое определение метилнафтилина и нафтилина		Ангарский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение хлорной ртути /сургучи/		" - "

	1	2
Определение хлорной ртути методом атомно-абсорбционного анализа		Лигарский институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение шафтания		Бакинский санитарно-гигиенический институт
Определение ртутьорганических лиохимиков		Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение эфирсульфоната		" "
Хроматографическое определение этилмеркурхлорида		Ленинградское ОИИГИТОКС
Фотометрическое определение этилмеркаптана		Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение этилхлорэтана		Новосибирский санитарный институт
Фотометрическое определение окиси мезитана		" "