

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

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

Выпуск 21/1

Москва 1987

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ ССРС

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

ВЫПУСК 21/1

Москва 1987

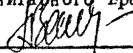
Сборник Методических Указаний составлен методической секцией по промышленной токсикологии при Проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профпатологии"

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

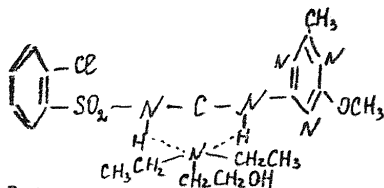

А. И. Заиченко

"25 " мая 1987 г.

№ 4316-87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ ХАРДИНА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ
ЗОНЫ МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ



М.м. 474,5

Действующее начало хардина - комплекс диэтилэтаноламина и *N*-(2-хлорбензолсульфонил)-*N*-(6-метокси-4-метил-1,3,5-триазин-2-ил) мочевины. Плотность препарата при 20°C - 1115-1125 кг/м³, температура кристаллизации - 50°C, хорошо растворим в воде, полярных растворителях, нелетуч, в водных растворах устойчив в течение года, при разбавлении водой на свету при pH = 5-7 и 20°C, разлагается на 2-хлорбензолсульфамид, 6-метокси-4-амино-2-метил-1,3,5-триазин и диэтилэтаноламин.

В воздухе присутствует в виде аэрозоля.

ПДК в воздухе - 5 мг/м³.

ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Метод основан на хроматографическом выделении хардина в тонком слое сорбента с последующим проявлением хроматограмм УВ-облучением.

Отбор проб производится с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения хардина 10 мкг в анализируемом объеме.

Нижний предел измерения хардина в воздухе 2,5 мг/м³ (при отборе 4 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 2,5 до 12,8 мг/м³.

Измерения не мешают: О-хлорбензолсульфамид, диэтилэтаноламин, метилметокситриазин.

Суммарная погрешность не превышает $\pm 20,6\%$.

Время выполнения измерения, включая отбор проб -60-80 минут.

ПРИБОРЫ, АППАРАТУРА, ПОСУДА

Аспирационное устройство.

Фильтродержатель

Хроматографическая камера, ГОСТ 10565-75.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391-74.

Хроматографические пластинки "Силуфол"-254 (ЧССР), 150x150 мм.

Пипетки, ГОСТ 20292-77, на 1, 2, 5 и 10 мл.

Посуда стеклянная химическая, ГОСТ 1770-74.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74.

Чашки выпарительные фарфоровые на 25 мл.

УФ-лампа ЦРК.

Фильтры АСА-ВЛ-20.

РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Ацетон, хч., ГОСТ 2603-79.

Урдин, ТУ ПЗ-04-172-85.

Этиловый спирт, ТУ 6-09-1710-77, хч.

2-феноксэтанол.

Нитрат серебра, ч.д.а., ГОСТ 277-75.

Апетон.

Стандартный раствор № 1 с концентрацией 100 мкг/мл готовят растворением 0,1 г вещества в 100 мл этанола (устойчив 1 неделю).

Стандартный раствор № 2 с содержанием хардина 10 мкг/мл (применяют свежеприготовленным) готовят путем соответствующего разбавления исходного стандартного раствора.

Проявляющий реактив: растворяют 0,1 г нитрата серебра в 1 мл воды, прибавляют 20 мл 2-феноксэтанола, доводят до 200 мл апетоном, прибавляют 1 каплю 30% перекиси водорода и смешивают. Хранят в темноте.

ОТБОР ПРОБЫ ВОЗДУХА.

Воздух с объемным расходом 1 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-20.

Для измерения 1/2 ОБУВ следует отобрать 4 л воздуха.

Срок хранения отобранных проб 2 дня.

ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Фильтр, содержащий аэрозоль хардина, промывают, дважды по 10 мл. Растворы объединяют, упаривают в фарфоровых чашках при комнатной температуре досуха и растворяют в 0,2 мл этилового спирта.

Пробу наносят с помощью пипетки на хроматографическую пластинку

так, чтобы диаметр пятна не превышал 0,5 см. Центр должен быть на расстоянии 1,5 см от нижнего края пластинки. Справа от пробы наносят серии стандартных растворов, содержащих 10, 15, 20, 25 мкг препарата.

Пластинку с нанесенным раствором помещают в хроматографическую камеру, в которой за 30 минут до хроматографирования наливают ацетон в качестве подвижной фазы. После поднятия фронта подвижного растворителя пластинку вынимают из камеры и оставляют на несколько минут на воздухе до испарения подвижного растворителя. Затем пластинку обрабатывают проявляющим реактивом, сушат, облучают УФ-светом (1,0 мин). Исследуемое вещество проявляется в виде темно-коричневых пятен на светлом фоне $R_f = 0,62$.

Количественное измерение содержания хардина в пробе проводят путем сравнения площади пятен стандартных растворов и проб.

Площади пятен измеряют планиметром или с помощью прозрачной бумаги. Прозрачную бумагу накладывают на миллиметровую бумагу и вычисляют площадь обведенного пятна.

ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ И РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ

Концентрацию хардина в воздухе "С" (мг/м^3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot v}{b \cdot \sqrt{V}}, \text{ где}$$

а - содержание хардина, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;

в - общий объем пробы, мл;

б - объем пробы, взятый для анализа, мл;

\sqrt{V} - объем воздуха (в л) отобранного для анализа и приведенного 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, °C

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, представившие Методические указания
1 :	2	:	3
1.:	Фотометрическое измерение концентрации акилпропилендиамина	:	Медицинский институт г. Ростов-на-Дону
2.:	Фотометрическое измерение концентрации бис-(2-метил-3-окси-4-оксиметил-5-метилпиридин) дисульфида дигидрохлорида (пиридитоа)	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва Медицинский институт г.Курск
3.:	Газохроматографическое измерение концентрации 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 основе диборида титана-хрома)	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Свердловск
6.:	Фотометрическое измерение концентрации диморфолинфенилметана (ингибитора ВНК-Л-20)	:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Ижевск
7.:	Газохроматографическое измерение концентрации 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
11. : Газохроматографическое измерение концентрации циклодеканола и циклодекана		:	ГорСЭС, г.Москва
12. : Газохроматографическое измерение концентрации денацила и додецилового спирта		:	Рязанский медицинский институт
13. : Спектрофотометрическое измерение концентрации диэтилентриаминпентаацетата меди тринатриевой соли		:	ГорСЭС, г.Москва
14. : Газохроматографическое измерение концентрации карбамил-3(5)-метилпиразола		:	Армянский НИИ ГТ и ПЗ
15. : Газохроматографическое измерение концентрации триметилфосфита		:	НИИ гигиены им.Ф.Ф. Эрисмана, ВНИИХСЭР
16. : Фотометрическое измерение концентрации цинкового комплекса нитрилотрифенилфосфоновой кислоты тринатриевой соли и расторможенного железного комплекса нитрилотрифосфоновой кислоты динатриевой соли		:	ГорСЭС, Москва
17. : Газохроматографическое измерение концентрации алкилдибензидоксидов (Алотрема-1)		:	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР
18. : Спектрофотометрическое измерение концентрации ангидрида триэтиловой кислоты		:	Уфимский НИИ НЕФТЕХИМ
19. : Газохроматографическое измерение концентрации Бис-N,N-гексаметиленкарбамида (карбосида)		:	Рижский медицинский институт

1 :	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 : Н.И.Савельева	
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 фенибута	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
 Децила 58
 Диборид магния 22
 Диборид титана-хрома 22
 Диметилсебацат 107
 Диметилфосфит 112
 Диорфуолифенилметан (ингибитор ВНХ-А 20) 27
 Диэтилентриаминпентаацетата меди тринатриевая соль 64
 Дециловый спирт 58
 Изопропилацетилен 118
 Карбамид-3(5)-метилпиразол 70
 Красная и желтая крованая соль 122
 Лаунофор Р-385 127
 Метилдизобутилкарбонат 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
 Фталазол 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 ИИХ-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 триназиевой соли (ДТПА Zn) в воздухе рабочей зоны 64
14. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации карбамола-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 триназиевой соли и растворимого железного комплекса нитрилотриметилфосфоново́й кислоты динатриево́й соли в воздухе рабочей зоны 80
17. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации алкилдифенилоксидов (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 (карбокседа) 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