

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 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. Дьякова, К.М. Грачева,
В.Г. Овечкин.

Настоящие методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.



УТВЕРЖДАЮ

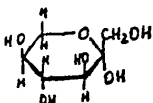
Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР

А.И.Зайченко

" 11 " декабря 1987 г.

№ 4458-87

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



И.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 концентрация 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 И106-9" с детектором по захвату электронов или прибор другой марки с аналогичным детектором.

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

Аспирационное устройство.

Фильтродержатель ТУ 95.72.05-77.

Колбы мерные ГОСТ 1770-74, вместимость 25 мл.

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

Стеклопосуда на шлифах для перегонки растворителя.

Пипетки ГОСТ 20292-74, вместимость 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 вместимость 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 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, ректифицированный, ГОСТ 5963-67,

Насадка для хроматографической колонки - хроматон N-AW DMC S с 5% апиезона L (размеры частиц 0,25-0,315 мк), 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 см. 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;

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

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

Отбор пробы воздуха

Воздух с объёмной скоростью 5 л/мин аспирирует через фильтр АФА-ЭП-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 пипетта и стеклянной палочки помещает в бокс, обрабатывает 0,1-0,2 мл этилового спирта, приливает 5 мл дистиллированной воды и выдерживает 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 верхнюю, толуольную слюю, куда переносит переходит продукт востружки L-сорбозы - 5-оксиметилфурфурол, узкую пробирку с притертой стеклянной пробкой. I мл этого раствора вводят через самоуплотняющуюся мембрану в испаритель хроматографа, измеряют на полученной хроматограмме высоту пика вещества в по градуировочному графику находят соответствующую массу L-сорбозы в анализируемом объёме 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 КИТ-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:

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

a — количество вещества, нанесенное 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, °С.

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 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)	101,33 (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
+22	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+26	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+30	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+34	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+38	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+42	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+46	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+50	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+54	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, представившие Методические указания
1	2	3
1	аэнафтен	НИОПИК, Донецкий медицинский институт
2	3,3-диметилбутанол-2 (пинаколин)	НИИ химии АН УзССР
3	дисульфид	НИИ лекарственных средств
4	1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанол-2	НИИ химии АН УзССР
5	изобутиронитрил	Волгоградская обл. СЭС
6	3-изоцианотолуол	Горьковский НИИ ГТИПЗ
7	красители активные хлортриазинозные	НИОПИК
8	красители винилсульфонозные	НИОПИК
9	красители дисперсные автрахинонозные	НИОПИК
10	красители триарилметановые	НИОПИК
11	красители фталоцианиновые	НИОПИК
12	крезидин	НИОПИК
13	натрия гидрокарбонат	Донецкий НИИ ГТИПЗ
14	натрий монохлоруксусный	Уфимский НИИ ГТИПЗ
15	натриевая соль полифталоцианина кобальта	Уфимский НИИ ГТИПЗ
16	рибофлавин	НИИ лекарственных средств
17	L-сорбоза	НИИ ГТИПЗ АМН СССР
18	сульфазин, сульфадiazин серебра, уросульфид	НИИ лекарственных средств
19	сульфантол	НИИ лекарственных средств
20	1,2,4-триазол	НИИ химии АН УзССР
21	триэтилфосфат	Львовский медицинский институт

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 ГТИБ	

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

- Асфальт 3
 Гидрокарбонат натрия 7
 3,3-диметилбутанон-2 12
 6,7-диметил-9-(Д-Г-рибитил)изоаллоксазин (рибофлагин) 18
 Аскульфан 22
 1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2(дихлорфеноксипинаколин) 26
 Изобутиронитрил 31
 3-изоцианотолуол (м-толилизонианат) 35
 Красители: активные фенилсульфоновые 48
 активный красно-фиолетовый 2К1 44
 активные хлортиазиновые 65
 дисперсные антрахиноновые 40
 дисперсный прочный желтый 2К 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
 Триэтилфосфат 110
 Уросульфан 92
 1-хлор-3,3-диметилбутанон-2 15
 1-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2 120
 1-хлор-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2 120
 Цианамид кальция 126

СО Д Е Р Ж А Н И Е

стр.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аценафта 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-рибитил)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(дихлорфеноксининаколина) 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-изоцианотолуола (и-толилизонианата) 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 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 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 L-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 концентрации 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 пирамиды 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. 875 Зак. № 1562 Тир 1000