МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Выпуск 21/1

Москва 1987

gost.e-ecolog.ru

МИНИСТЕРСТВО ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР

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 концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны при санитарном контроле.

Ответственные за выпуск: С.И.Муравьева, Г.А.Дьякова, К.М.Грачева, В.Г.Овечкин.

УТВЕРЖДАЮ

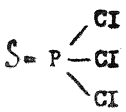
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

А.И.Заиченко

"25" мая 1987г.

№ 4308-78

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ТИОТРЕХХЛОРИСТОГО ФОСФОРА МЕТОДОМ ТОНКОСЛОЙНОЙ ХРОМАТОГРАФИИ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м.169,4

Тиотрехххлористый фосфор, бесцветная или желтая жидкость с неприятным запахом. Практически не растворим в воде, растворим во многих органических растворителях, в том числе бензоле, ацетоне, гексане, сероуглероде. В водных растворах гидролизуется до сероводорода и фосфорной кислоты. Плотность 1,635 г/см^3.

В воздухе находится в виде паров.

Препарат обладает выраженным раздражающим и кожно-резорбтивным действием.

ПДК - 0,5 мг/м^3.

ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Метод основан на хроматографическом выделении тиотрехххлористого фосфора в тонком слое сорбента с последующим проявлением хроматограмм реагентом - бромфеноловым синим с азотнокислым серебром.

Отбор проб проводится с концентрированием.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме – 3 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе 0,25 мг/м^3 (при отборе 12 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 0,25 до 1,25 мг/м^3.

Измерению не мешают: триметилфосфит, пиодрин.

Суммарная погрешность не превышает ± 18,2%.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, 80 минут.

ПРИБОРЫ, АППАРАТУРА, ПОСУДА

Аспирационное устройство.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74.

Хроматографическая камера, ГОСТ 10565-78.

Стеклянный пульверизатор, ГОСТ 19991-71.

Микропипетки, ГОСТ 20292-77.

Хроматографические пластинки "Силуфол-254" (ЧССР), 150х150 мм.

Поглотительный прибор с пористой пластинкой № 1.

Испаритель ротационный, МРТУ 42-2589-66.

Воронки химические диаметром 6 см, ГОСТ 8613-75.

РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Гексан, хч, ТУ-6-09-3375-78.

Кислота уксусная, чда, ГОСТ 62-75.

Бромфеноловый синий (индикатор), ТУ 6-09-1058-76.

Фильтр бумажный, беззольный "Синяя лента".

Подвижная фаза гексан: ацетон (3:1) по объему.

Стандартный раствор: тиотрехххлористый фосфор с концентрацией 100 мкг/мл готовят растворением 10 мл вещества в 100 мл ацетона,

10 мкг/мл - путем соответствующего разбавления ацетоном исходного стандартного раствора.

Раствор хранят в холодильнике. Устойчив в течение месяца.

Проявляющий реактив: 0,03 г бромфенолового синего растворяют в 10 мл ацетона, затем доводят до 100 мл 0,5% водно-ацетоновым раствором азотнокислого серебра (1 ч воды и 3 ч ацетона). Раствор устойчив в течение 2 недель.

ОТБОР ПРОБЫ ВОЗДУХА

Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через поглотительный прибор с пористой пластинкой, содержащий 10 мл гексана и помещенный в сосуд со льдом. Для измерения 1/2 ПДК следует отобрать 12 л воздуха. Срок хранения отобранных проб 1 сутки.

ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Пробу из поглотительного прибора отгоняют в ротационном вакуумном испарителе растворяют в 0,1-0,2 мл гексана и с помощью капилляра наносят 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 наносят серию стандартных растворов, содержащих 3, 5, 7, 9, 12, 15 мкг препарата.

Пластинку с нанесенными растворами помещают в хроматографическую камеру, в которой за 30 минут до хроматографирования налита смесь гексан-ацетон (3:1) по объему. После поднятия фронта подвижного растворителя пластинку вынимают из камеры и оставляют на несколько минут на воздухе до испарения подвижного растворителя. После того как растворитель испарится, пластинку обрабатывают из пульверизатора проявляющим реагентом. Исследуемое вещество проявляется в виде синих пя-

тен на желтом фоне. R_f для тиотреххлористого фосфора – 0,52. Количественное определение проводят путем сравнения площади пятен стандартных растворов и проб.

Площади пятен измеряют планиметром или с помощью прозрачной бумаги. В последнем случае прозрачную бумагу накладывают на миллиметровую бумагу и вычисляют площадь обведенного пятна.

РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ

$$C = \frac{A \cdot B}{Б \cdot V}, \text{ где}$$

А – содержание тиотреххлористого фосфора, найденное в хроматографируемой пробе;

Б – объем пробы, взятый для анализа, мл;

В – общий объем пробы, мл;

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:

$$V_{20} = \frac{V \cdot (273 + 20) \cdot P}{(273 + t^{0}) \cdot 101{,}33}, \quad \text{где}$$

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, ^{0}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

°С	Давление Р, кПа/мм рт.ст									
	97,33/730	97,86/734	98,4/738	96,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,33/760	101,86/
-30	I,I582	I,I646	I,I709	I,I772	I,I836	I,I899	I,I963	I,2026	I,2058	I,2122
-26	I,I593	I,I456	I,I5I9	I,I58I	I,I644	I,I705	I,I768	I,I83I	I,I862	I,I926
-22	I,I2I2	I,I274	I,I336	I,I396	I,I458	I,I5I9	I,I58I	I,I643	I,I673	I,I735
-I8	I,I036	I,I097	I,II58	I,I2I8	I,I278	I,I338	I,I399	I,I400	I,I490	I,I55I
-I4	I,0866	I,0926	I,0986	I,I045	I,II05	I,II64	I,I224	I,I284	I,I3I3	I,I373
-I0	I,0701	I,0760	I,08I9	I,0877	I,0936	I,0994	I,I053	I,III2	I,II4I	I,I200
- 6	I,0540	I,0599	I,0657	I,07I4	I,0772	I,0829	I,0887	I,0945	I,0974	I,I032
- 2	I,0385	I,0442	I,0499	I,0556	I,06I3	I,0669	I,0726	I,0784	I,08I2	I,0869
0	I,0309	I,0366	I,0423	I,0477	I,0535	I,059I	I,0648	I,0705	I,0733	I,0789
+ 2	I,0234	I,029I	I,0347	I,0402	I,0459	I,05I4	I,057I	I,0627	I,0655	I,07I2
+ 6	I,0087	I,0I43	I,0I98	I,0253	I,0309	I,0363	I,04I9	I,0475	I,0502	I,0557
+I0	0,9944	0,9999	I,0054	I,0I08	I,0I62	I,02I6	I,0272	I,0326	I,0353	I,0407
+I4	0,9806	0,9860	0,99I4	0,9967	I,0027	I,0074	I,0I28	I,0I83	I,0209	I,0263
+I8	0,967I	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	I,0043	I,0069	I.0I22
+20	0,9605	0,9658	0,97II	0,9783	0,98I6	0,9868	0,992I	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	0,963I	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,99I7
+26	0,94I2	0,9464	0,95I6	0,9566	0,96I8	0,9669	0,972I	0,9773	0,9799	0,985I
+28	0,9349	0,940I	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,989I	0,9440	0,9432	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9I67	0,92I8	0,9268	0,93I8	0,9368	0,94I8	0,9468	0,95I9	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9I49	0,9I98	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,942I	0,947I

Приложение 3

П Е Р Е Ч Е Н Ь

учреждений представивших Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе

№№ пп	Методические указания	Учреждения, представившие Методические указания
I	2	3
I.	Фотометрическое измерение концентрации алкилпропилендиамина	Медицинский институт г. Ростов-на-Дону
2.	Фотометрическое измерение концентрации бис-(2-метил-3-окси-4-оксиметил-5-метилпиридий) дисульфида дигидрохлорида (пиридитол)	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 ГОСНИИметанолпроект
4.	Фотометрическое измерение концентрации I,IO декандикарбоновой кислоты (I,IO 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 ВНХ-Л-20)	НИИ гигиены труда и профзаболеваний г.Киев
7.	Газохроматографическое измерение концентраций метилизобутилкарбинола	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г. Москва

I	2	3
8.	Газохроматографическое измерение концентрации метилцеллозольва	Киевский филиал ГОСНИИхлорпроект г.Киев
9.	Пламеннофотометрическое измерение концентрации стронция фосфорнокислого двухзамещенного	Медицинский институт г. Ставрополь
10.	Газохроматографическое измерение концентрации фенетола	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР, г.Москва
11.	Газохроматографическое измерение концентрации циклододеканола и циклододеканона	ГорСЭС, г.Москва
12.	Газохроматографическое измерение концентрации денацила и додецилового спирта	Рязанский мединститут
13.	Спектрофотометрическое измерение концентрации диэтилентриаминпентаацетата меди тринатриевой соли	ГорСЭС, г.Москва
14.	Газохроматографическое измерение концентрации карбамоил-3(5)-метилпиразола	Армянский НИИ ГТ и ПЗ
15.	Газохроматографическое измерение концентрации триметилфосфита	НИИ гигиены им.Ф.Ф. Эрисмана, ВНИИХСЗР
16.	Фотометрическое измерение концентраций цинкового комплекса нитрилотрифенилфосфоновой кислоты тринатриевой соли и растворимого железного комплекса нитрилотриметилфосфоновой кислоты динатриевой соли	ГорСЭС, Москва
17.	Газохроматографическое измерение концентраций алкилдифенилоксидов (Алотрема-I)	НИИ гигиены труда и профзаболеваний АМН СССР
18.	Спектрофотометрическое измерение концентрации ангидрида тримеллитовой кислоты	Уфимский НИИНЕФТЕХИМ
19.	Газохроматографическое измерение концентрации Бис-N,N-гексаметиленкарбамида (карбоксида)	Рижский мединститут

I	2	
20.	Хроматографическое измерение концентрации Бис-фосфита	Львовский мединститут
21.	Газохроматографическое измерение концентрации диметилсебацината	Ростовский-на-Дону мединститут
22.	Газохроматографическое измерение концентрации диметилфосфита	Львовский мединститут
23.	Газохроматографическое измерение концентрации изопропенилацетилена	НИИ ГТ и ПЗ АМН СССР НПО "НАИРИТ" г.Ереван
24.	Фотометрическое измерение концентраций красной и желтой кровяной соли	Донецкий мединститут
25.	Фотометрическое измерение концентрации лиминофора Р-385	Ставропольский мединститут
26.	Газохроматографическое измерение концентрации монобензилтолуола	Донецкий мединститут
27.	Фотометрическое измерение концентрации 3-нитро-4-хлоранилина	Казанский университет Н.И.Савельева
28.	Пламенно-фотометрическое измерение концентрации растворимых соединений рубидия	I-ый Московский мединститут
29.	Хроматографическое измерение концентрации тиотреххлористого фосфора	Львовский мединститут
30.	Газохроматографическое измерение концентрации тримеллитовой кислоты	Уфимский НИИНЕФТЕХИМ
31.	Хроматографическое измерение концентрации триметилфосфита	Львовский мединститут
32.	Газохроматографическое измерение концентрации триэтилортоацетата	Университет дружбы народов им. П.Лумумбы
33.	Газохроматографическое измерение концентрации 3-феноксибензальдегида	Университет дружбы народов им. П.Лумумбы
34.	Флуориметрическое измерение концентрации фенибута	Рижский мединститут

I	2	3
35.	Полярографическое измерение концентрации фосфида цинка	ЦОЛИУВ, Москва Киевский НИИ ГТ и ПЗ
36.	Фотометрическое измерение концентрации фталазола	ВНИХФИ, г.Купавна
37.	Хроматографическое измерение концентрации хардина	Львовский мединститут
38.	Фотометрическое измерение концентрации хлористого аммония	Армянский НИИ ГТ и ПЗ
39.	Газохроматографическое измерение концентрации циклогесена	НИИ ГТ и ПЗ

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 (переиздание сборник МУ, выпуски I-5)
Полиамфолиты ПА-I, ПА-IМ, ПА-I2I	- " -
лагоден	- " -
оксалон	- " -
катализатор ИМ-220I	Методические указания на фотометрическое определение окиси хрома, выпуск М., 1979, с. I08
Титана сульфид и дисульфид	Методические указания по полярографическому измерению вольфрама в воздухе рабочей зоны, выпуск XIX, М.,1984, с.I3
Вольфрама сульфид и дисульфид	Методические указания по полярографическому измерению концентраций титана в воздухе рабочей зоны, выпуск XIX, М., 1984, с. I29
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 %	

Приложение 5

Указатель определяемых веществ

Аллилдифенилоксид (Алотерм-I) 86
Аллилпропилендиамин I
Ангидрид тримеллитовой кислоты 91
Бис-N,N-гексаметиленкарбамид (карбоксид) 96
Бис- (2-метил-3-окси-4-оксиметил-5-метилпиридил) дисульфида дигидрохлорида (пиридитол) 5
Бис-фосфит I02
Бутоксибутенин I0
1,I0-декандикарбоновая кислота I7
Декацил 58
Диборид магния 22
Диборид титана-хрома 22
Диметилсебацинат I07
Диметилфосфит II2
Дихлорфенилметан (ингибитор ВНХ-Ф 20) 27
Диэтилентриаминпентаацетата меди тринатриевая соль 64
Децениловый спирт 58
Изопропенилацетилен II8
Карбамоил-3(5)-метилпиразол 70
Красная и желтая кровяная соль I22
Люминофор Р-385 I27
Метилизобутилкарбинол 32
Метилцеллозольв 36
Монобензилтолуол I32
3-нитро-4-хлоранилин I37
Рубидия растворимые соединения I45
Стронция фосфорнокислый двузамещенный 42
Тетрахлористый фосфор I50
Тримеллитовая кислота I54
Триметилфосфит 75
Триэтилортоацетат I65
Фенетол 46
Фенибут I79
3-феноксибензальдегид I69
Фосфид цинка I78
Фтивазол I84

Хардин 189
Хлористый аммоний 193
Циклододеканол 50
Циклододеканон 50
Циклогексен 198
Цинковый комплекс нитрилотрифенилфосфоновой кислоты тринатриевой соли и растворимого железного комплекса нитрилотриметилфесфоновой кислоты динатриевой соли 80

Содержание.

I. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций алкилпропилендиамина в воздухе рабочей зоны I

2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 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 I0

4. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций I,I0 декандикарбоновой кислоты (I,I0 ДДК) в воздухе рабочей зоны I7

5. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации диборида магния, диборида титана-хрома и металлокерамического сплава (на основе диборида титана-хрома) в воздухе рабочей зоны 22

6. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диморфолинфенилметана (ингибитора ВИХ-Л-20) в воздухе рабочей зоны 27

7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилизобутилкарбинола в воздухе рабочей зоны 32

8. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилцеллозольва в воздухе рабочей зоны 36

9. Методические указания по пламеннофотометрическому измерению концентраций стронция фосфорнокислого двузамещенного в воздухе рабочей зоны 42

I0. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации фенетола в воздухе рабочей зоны 46

II. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций циклододеканола и циклододеканона в воздухе рабочей зоны 50

I2. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций деканола и додецилового спирта в воздухе рабочей зоны 58
I3. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентрации диэтилентриаминпентаацетата меди тринатриевой соли (ДТПА Э/а) в воздухе рабочей зоны 64
I4. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации карбамоил-3(5)-метилпиразола в воздухе рабочей зоны 70
I5. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций триметилфосфита в воздухе рабочей зоны 75
I6. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации цинкового комплекса нитрилотрифенилфосфоновой кислоты тринатриевой соли и растворимого железного комплекса нитрилотриметилфосфоновой кислоты динатриевой соли в воздухе рабочей зоны..... 80
I7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций алкилдифенилоксидов (Алотерма-I) в воздухе рабочей зоны 86
I8. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций тримеллитовой кислоты в воздухе рабочей зоны 9I
I9. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бис-1,1-гексаметиленкарбамида (карбоксида) в воздухе рабочей зоны 96
20. Методические указания по измерению концентраций бис-фосфита в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии I02
2I. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диметилсебацината в воздухе рабочей зоны I07
22. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диметилфосфита в воздухе рабочей зоны II2

23. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изопропенилацетилена в воздухе рабочей зоны 118
24. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций красной и желтой кровяной соли в воздухе рабочей зоны 122
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций люминофора Р-385 в воздухе рабочей зоны 127
26. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций монобензилтолуола (МБТ) в воздухе рабочей зоны 132
27. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3 нитро-4-хлоранилина в воздухе рабочей зоны 137
28. Методические указания по пламенно-фотометрическому измерению концентраций растворимых соединений рубидия в воздухе рабочей зоны 145
29. Методические указания по измерению концентраций тиотреххлористого фосфора методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны 150
30. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций тримеллитовой кислоты в воздухе рабочей зоны 154
31. Методические указания по измерению концентраций трифенилфосфита методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны..... 161
32. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций триэтилортоацетата (ТЭОА) в воздухе рабочей зоны 165
33. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации 3-феноксибензальдегида (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 концентраций фталазола в воздухе рабочей зоны 184
37. Методические указания по измерению концентраций хлодина в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии 189
38. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 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

gost.e-ecolog.ru

29 от. 30.07.85 п. л. Зак. №1576 тир. 6250
Типография Министерства здравоохранения СССР