ИНФОРМАЦИОННО-ИЗДАТЕЛЬСКИЙ ЦЕНТР
ГОСКОМСАНЭПИДНАДЗОРА РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО КОНТРОЛЮ СОДЕРЖАНИЯ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ НА КОЖНЫХ ПОКРОВАХ И СПЕЦОДЕЖДЕ

Выпуск I

МП «Рарог»
Москва 1992

gost.e-ecolog.ru

Аннотация

Настоящие Методические указания разработаны впервые и предназначены для работников санитарно-эпидемиологических станций и санитарных лабораторий на промышленных предприятиях, осуществляющих контроль содержания вредных веществ, как в воздухе рабочей зоны, так и на кожных покровах и спецодежде, а также для научно-исследовательских институтов Министерства здравоохранения СССР и других заинтересованных министерств и ведомств.

Методические указания разработаны в соответствии с МУ "Оценка воздействия вредных химических соединений на кожные покровы и обоснование предельно допустимых уровней загрязнения кожи" 1980 г. и имеют своей целью обеспечение контроля содержания вредных веществ на коже и их соответствие предельно допустимым уровням, утвержденным Министерством здравоохранения СССР, а также установление необходимости использования средств индивидуальной защиты кожных покровов с целью предотвращения попадания химических веществ в организм работающих.

Настоящие Методические указания подготовлены НИИ ГТ и ПЗ Российской АМН, Москва и НИИ ГТ и ПЗ МЗ РСФСР, г. Горький и одобрены Проблемной комиссией "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии".

Сборник подготовили: Муравьева С.И.
Мельникова Л.В.
Дьякова Г.А.
Македонская Р.Н.
Беляков А.А.
Грыжина Е.В.

Ответственные редакторы: Антонов Н.М.
Мартынова Н.М.
Подольский В.М.

Сдано в набор 18.12.91 | Подписано в печать 05.06.92 | Формат 60x90/8 | Тираж 2000 экз.
Печать офсетная. | Печ. л. 14 | Заказ N 942

Типография Минстанкопрома

ISBN 5-87372-010-X

© МП «Рарог», 1992

ВВЕДЕНИЕ

В связи с широкой химизацией народного хозяйства, интенсивным использованием новых химических веществ, увеличением масштаба производства возросла опасность контакта и проникания химических веществ через кожные покровы.

В настоящее время известно, что каждое четвертое вещество, содержание которого нормировано в воздухе рабочей зоны, имеет пометку "опасно при поступлении через кожу".

В связи с этим специальная секция при Проблемной комиссии "Научные основы гигиены труда и профпатологии" регламентирует содержание вредных веществ на кожных покровах. В настоящее время ПДУ установлено более чем для 20 химических соединений. Первым, наиболее важным шагом с целью предотвратить поступление ядов в организм работающих через кожу является контроль содержания их на кожных покровах и изучение степени загрязнения средств индивидуальной защиты работающих на промышленных предприятиях.

Настоящий сборник является первым руководством в нашей стране по определению химических веществ на кожных покровах и средствах индивидуальной защиты. Сборник составлен на основе обобщения многолетних работ исследователей, занимающихся данной проблемой. В сборник включены Методические указания по измерению содержания химических веществ на коже и средствах индивидуальной защиты, имеющих ПДУ, а также для веществ, которые подлежат гигиеническому нормированию. В методиках даны принципы определения и основные критерии: предел обнаружения, избирательность, условия отбора проб (смывов) и анализа. Описаны условия построения калибровочного графика и формулы вычисления результатов.

Наряду с этим в сборник включены рекомендации для исследователей, разрабатывающих вышеупомянутые методики для новых химических соединений.Описаны требования к методикам, приведены формулы расчета метрологических характеристик и ряд других вопросов. Эти материалы вошли в приложение.

Сборник рассчитан на широкий круг практических и научных работников и других специалистов, занимающихся вопросами аналитического контроля загрязнения кожных покровов и спецодежды.

1. Требования к методикам измерения химических веществ на кожных покровах и средствах индивидуальной защиты

Методики измерения содержания химических веществ на коже и других исследуемых объектах должны удовлетворять следующим требованиям.

1.1. Предел измерения содержания химических веществ на исследуемых объектах, в частности на коже, выраженный в мг/см^2, устанавливают по величине предельно допустимого уровня (ПДУ). При отсутствии утвержденного ПДУ предел измерения устанавливают по уровню, достигнутому в условиях лабораторного эксперимента.

1.2. Избирательность методики устанавливается по отношению к веществам, значительно отличающимся по характеру токсического действия на человека и по величине ПДУ. Допустимо применение методик суммарного измерения содержания химических веществ, принадлежащих к одному и тому же классу соединений и имеющих близкий предел измерения.

1.3. Метрологические характеристики, в частности правильность методик, разработанных в условиях лабораторного эксперимента, оценивается доверительным интервалом (ε) по формуле:

$$\varepsilon = \overline{C} \pm \frac{t_d \cdot S}{\sqrt{n}},$$

где $\overline{C}$ — средняя арифметическая величина из n определений;

t_d — коэффициент Стьюдента (при P — 0,95);

S — квадратичное отклонение отдельного результата;

n — количество определений.

Кроме доверительного интервала рассчитывается относительное стандартное отклонение S_r, не превышающее 0,33*

Результаты измерения содержания вредных веществ в смывах с кожи и других объектах, проведенных на промышленных предприятиях, представляются в виде M ± m, что соответствует формуле $\overline{C} \pm \frac{S}{\sqrt{n}}$

2. Рекомендации при разработке методик измерения содержания химических веществ на коже и СИЗ

2.1. При разработке методик измерения содержания химических веществ на кожных покровах следует пользоваться Методическими рекомендациями МР **.

2.2. Эти же МР могут быть использованы и при разработке методик измерения содержания веществ на спецодежде.

В качестве испытуемых образцов используют новую ткань, из которой шьют верхнюю одежду и белье для работающих на обследуемом предприятии.

Испытуемую ткань (сукно, сатин, молескин, бельевую бязь) предварительно обрабатывают выбранным растворителем (возможно при повышенной температуре), промывают водой и высушивают. Для этой цели используют образцы размером от 50 до 100 см^2.

2.3. При разработке методики измеряют содержание химических соединений на испытуемых объектах ,следует установить их летучесть по данным скорости испарения (% ч).

На образцы взвешенной ткани размером 5 х 5 или 10 х 10 см наносят определенную навеску вещества. Потери вещества от испарения устанавливают повторным взвешиванием. Рекомендуется установить продолжительность полного испарения вещества. Если продолжительность испарения вещества с образца исчисляется несколькими минутами, планирование разработки методики для таких соединений нецелесообразно.

2.4. Образцы экспонированной ткани обрабатывают соответствующим растворителем в течение 15—20 мин. В ряде случаев обработку (экстракцию) выполняют с помощью магнитной мешалки и при нагревании. В зависимости от химической устойчивости веществ или продуктов их превращения образцы ткани могут быть обработаны в десорбере и выделившиеся вещества извлечены током чистого воздуха или водяным паром (рис. 1,2).

2.5. Градуировочные графики при использовании газожидкостной хроматографии или эмиссионно-спектрального анализа в большинстве случаев могут быть построены без учета влияния примесей, выделяющихся кожей или содержащихся в новых чистых образцах ткани.

В фотометрическом анализе градуировочный график составляют с учетом влияния примесей, выделяемых непосредственно кожей и окрашенными тканями. Обработка цветных образцов тканей дает

---

* Допускается расчет погрешности определения в % по формуле $W = \frac{S}{\sqrt{n}} \cdot 100$ (при n — 4—6; P — 0,95). Погрешность должна быть не более 33%.

** Методические рекомендации (МР) "Разработка методов определения вредных веществ на коже". М., МЗ СССР, 1985, 23 с. Информационное письмо. Разработка способов определения вредных веществ на спецодежде. М., 1989, 20 с.

окрашенные растворы (фон), компенсируемый измерением контрольной пробы, выполненной в присутствии смыва с образца незагрязненной ткани в тех же условиях.

2.6. Правильность разработанных методик измерения содержания химических веществ устанавливается для каждого вида ткани в соответствии с п.1.3.

В табл. 1 представлены результаты оценки правильности измерения содержания некоторых химических веществ. В зависимости от агрегатного состояния загрязнителей, присутствующих на промышленных предприятиях, анализируемое вещество смывается или экстрагируется. Твердые вещества (м-нитроанилин, дихлоранилин, цианурхлорид) распылялись на исследуемый образец из марлевого мешочка. Исходное содержание устанавливалось по средней навеске при напылении на часовое стекло. Гексахлорбензол и дихлорпиридазон наносились на образец в виде спиртовых растворов, растворитель испарялся, а остаток смывался или экстрагировался соответствующим растворителем.

Соли металлов наносили на образец в виде солянокислых, цианид натрия — в виде щелочных растворов.

Погрешность определения, вычисленная согласно п.1.3, не превышает 20%.

Таблица 1

Правильность определения веществ (n — 4—6, P — 0,95)

Соединение	Метод	Образец	Нанесено на образец		Найдено		
			С, мкг	мг/см²	S_r	С, мкг	$\frac{\pm t \cdot S}{\sqrt{n}}$
3-Нитроанилин	фотометрический	кожа	5,0	0,12	0,05	4,0	0,07
		кожа	50,0	1,25	0,04	51,6	3,36
Гексахлорбензол	ГЖХ	кожа	170,0	0,34	0,19	130,0	30,40
	—"—	кожа	653,0	1,31	0,04	583,0	26,92
Сульфат никеля	атомно-эмиссионный	кожа	0,63	0,013	0,18	0,58	0,14
		кожа	31,4	0,628	0,14	28,10	4,84
3-Нитроанилин	фотометрический	ткань	8,2	0,09	0,23	8,0	1,90
		ткань	54,0	0,60	0,06	56,0	5,40
Анилин	—"—	ткань	3,0	0,08	0,11	2,1	0,60
—"—	—"—	ткань	20,0	0,50	0,10	19,0	1,80
Цианид натрия	—"—	ткань	0,9	0,01	0,09	0,9	0,10
	—"—	ткань	23,0	0,23	0,05	23,6	2,10

Правильность способа определения в значительной степени зависит от продолжительности воздействия исследуемого вещества на образцы, снижающей результаты количественного определения из-за летучести, проницаемости веществ и сорбционных процессов. На этом основании обработку образцов следует проводить не позднее, чем через несколько минут после их загрязнения.

2.7. Установление значения контрольной пробы, предела определения, построения градуировочного графика, влияния соответствующих примесей изложено в Методических рекомендациях.

3. Проведение исследований на промышленных предприятиях

3.1. Смыв с загрязненной кожи и других объектов осуществляют главным образом во время технологических процессов и операций при наибольшем контакте работающих с вредными веществами (размол и просеивание, розлив, расфасовка и затаривание веществ и т.д.). Особое внимание уделяют отбору проб при выполнении ручных операций и работе с летучими жидкими веществами. В последнем случае только своевременный отбор проб (во время операции или сразу после ее окончания) обеспечивает результаты количественного определения загрязнений (п.2.3).

3.2. Отбор проб с кожи, резиновых СИЗ и пневмокостюмов осуществляют главным образом способом смыва с помощью ватного тампона, обильно смоченного выбранным растворителем*. Пробы отбирают в основном с тыльной стороны кисти или ладони (площадь 50 см²) или со всей кисти (площадь 360 см²), открытых и закрытых участков тела размером 1 дм², с 1 дм² резиновых шлем-масок, сапог, перчаток и полимерных материалов, в том числе с обратной стороны резиновых СИЗ и пневмокостюмов.

---

* Методические указания. Оценка воздействия вредных химических соединений на кожные покровы и обоснование предельно допустимых уровней загрязнений кожи. М., МЗ СССР, 1980, 23 с.

3.3. Пылевидные вещества, загрязняющие кожу, спецодежду и другие объекты, более рационально отбирать путем отсоса через двухконусный патрон (диаметр патрубка 8—9 см, в том числе с насадкой) со скоростью 20—25 л/мин. При этом в значительной степени устраняется влияние различного вида примесей, выделяемых кожей, окрашенной и бесцветной тканью, резиной и другими материалами, см. рис. 3.

3.4. Для отбора проб твердых и жидких веществ с верхней спецодежды и белья на рабочий костюм нашивают друг на друга образцы верхней и бельевой ткани размером 10 х 10 см. В том случае, если костюм был загрязнен, пакет образцов увеличивают до трех, последним подшивают образец из бельевой ткани, защищающей верхние образцы от вторичного загрязнения. Образцы нашивают на рукава, брюки, полы и т.д., общим числом, указанным в п.3.5. В зависимости от планирования гигиенического исследования образцы в положенное время снимают или вырезают из них лоскуты размером 3 х 3 или 5 х 5 см и направляют в закрытой посуде на анализ. При изучении эффективности стирки (обезвреживания) верхней спецодежды и белья оставшуюся часть нашитых образцов после стирки направляют на анализ.

3.5. Во избежание потерь летучих веществ образцы ткани тут же после отбора проб погружают в выбранный экстрагент. Пробы выдерживают, в том числе при нагревании, в течение 15—20 мин. Образцы, подвергнувшиеся длительному воздействию малолетучих веществ, выдерживают в растворителе большей частью при нагревании в течение нескольких часов.

3.6. Приблизительное число отбираемых проб у одного работающего для получения достоверных результатов:

— с кожи, главным образом с кистей, в пределах 4—6, после душа и с закрытых участков тела — 3—4;

— с верхней спецодежды и защитных костюмов — 12—14, после обезвреживания (стирки) — 4—5;

— с белья — 4—5, после стирки — 3;

— с резиновых шлем-масок или сапог и перчаток — 4—5, после обезвреживания — 3.

3.7. Способы обработки и анализа проб, отобранных с кожных покровов, подробно описаны в методических рекомендациях . Такими же способами анализируют пробы, полученные смывом с резиновых и пленочных СИЗ. Следует отметить, что при газожидкостном хроматографировании растворов в большинстве случаев не требуется центрифугирование и фильтрование смывов с кожи и экстрактов со спецодежды вследствие незначительности влияния примесей, выделяемых незагрязненными кожей или тканью, в отбираемой на анализ пробе (1—2 мкл).

3.8. Пылевидные пробы, отобранные на анализ путем отсоса на фильтрующий материал, экстрагируют указанным способом (п.2.5.). Часть пылевидного вещества, задержавшуюся на внутренней стенке патрона, снимают ватным, смоченным растворителем, тампоном или смывают экстрагентом. Объединенный экстракт анализируют.

3.9. При необходимости установления количества вещества, проникшего в толщу резиновых или других полимерных материалов, на шлем-маску или другие СИЗ наклеивают соответствующие образцы, которые снимают в заданное время. Образцы сначала погружают в растворитель, промывают и измельчают. Полученную массу экстрагируют при длительном нагревании, экстракт анализируют. Получаемые данные не всегда отражают результаты количественного определения вследствие незначительной скорости диффузии вещества из пленки. Если нагревание оказывает влияние на устойчивость анализируемого соединения, образец экстрагируют длительное время при обычной температуре.

3.10. Полученные результаты группируют в зависимости от однозначности технологического процесса и производственных операций, выполняемых работающими, и оценивают по формуле M ± m (п.1.2).

В табл.2 представлены результаты анализа загрязнения спецодежды и белья аппаратчика в производстве полиизоцианатов.

Таблица 2

Загрязнение спецодежды аппаратчика ароматическими аминами (мг/см²) (0 — не обнаружено)

Операция, рабочее место	n	Расположение нашивок	Верхняя одежда			Белье		
			M ± m			M ± m		
Вскрытие фильтра	4	Брюки	5,83	±	1,29	0,22	±	0,07
—"—	4	Рукава	0,27	±	0,12	0,04	±	0
—"—	3	Полы	0,30	±	0,05	0,03	±	0
—"—	3	Спина	0,21	±	0,13	0,03	±	0
Отбор проб	4	Брюки	0,33	±	0,15	0,09	±	0,06
—"—	3	Рукава	0,14	±	0,08	0,04	±	0,02

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
_____ В.И.Чибураев
" 28 " сентября _____ 1989 г.
N 5137—89

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ СОДЕРЖАНИЯ ФОСФАМИДА НА КОЖЕ

$(CH_3O)_2\overset{S}{\overset{\|}{P}}SCH_2CONHCH_3$ М.м. 229,2

0,0-Диметил-S-(N-метилкарбамоилметил)дитиофосфат.

Товарное название: фосфамид, диметоат, рогор, БИ-58.

Химически чистый фосфамид — белое кристаллическое вещество с Т.пл. 49,9—50,9°С. Давление насыщенных паров при 20 °С $8,5.10^{-8}$ мм рт. ст. ($1,2.10^{-3}$ Па). хорошо растворим в воде -3,9%, в ацетоне, хлороформе, метаноле, плохо в алкановых углеводородах. При нагревании изомеризуется. Достаточно быстро гидролизуется в щелочной среде, более устойчив в кислой.

1. Характеристика методики

Методика основана на экстракции фосфамида из пробы органическим растворителем, очистке и последующем определении методами газожидкостной или тонкослойной хроматографии.

В качестве смывающей жидкости используется дистиллированная вода.

Диапазон измеряемого содержания — 0,008—0,4 мг/см^2.

Определению не мешают диазинон, циклоат, эптам, метоксихлор, линдан.

Граница суммарной погрешности не превышает ±20%.

ПДУ фосфамида на коже 0,02 мг/см^2.

2. Реактивы и растворы

Фосфамид, х.ч.

Стандартный раствор N 1 с содержанием 1 мг/мл готовят растворением 100 мг фосфамида в мерной колбе на 100 мл. Соответствующим разведением в гексане готовят стандартный раствор N 2 с содержанием фосфамида 0,1 мг/мл. Растворы устойчивы 1 месяц.

Азот, водород в баллонах с редукторами.

Азот ОСЧ, ГОСТ 9293—74, содержание кислорода не более 0,003% (для работы на ЭЗД или ДПР).

Насадка хроматографической колонки:

Для ТИД хроматон N-AW-DMCS с 5% SE-30, для ЭЗД (или ДПР) хроматон N-AW-DMCS с 5% XE-60, зернение носителей 0,16—0,2 мм.

Ацетон, х.ч., ГОСТ 2603—79.

Гексан, ч., ТУ 6-09-3375—78.

Хлороформ, х.ч., ТУ 6-09-4263—76.

Лимонная кислота, х.ч., ГОСТ 3652—69, 2%-ный раствор.

Соляная кислота, х.ч., ГОСТ 3118—77, 0,1 н раствор.

Бромфеноловый синий, чда, ТУ 6-09-1058—76.

Гидроксид натрия, х.ч., ГОСТ 4328—77, 20%-ный раствор.

Натрий сернокислый безводный, чда, ГОСТ 4166—76.

Серебро азотнокислое, х.ч., ГОСТ 1277—75, 0,5%-ный водноацетоновый раствор (1 часть воды + 3 части ацетона).

Хлористый палладий, ч., МРТУ 6-09-1964—72.

Проявляющие реагенты:

ПР N 1 — бромфеноловый синий. Взвешивают 50 мг бромфенолового синего, растворяют в 10 мл ацетона и затем разбавляют до 100 мл раствором азотнокислого серебра. Срок хранения в холодильнике до 1 месяца.

ПР N 2 — хлористый палладий. Взвешивают 0,2 г хлористого палладия, вносят в колбочку вместимостью 100 мл, приливают 2 капли концентрированной соляной кислоты, помещают колбу в водяную баню

при 60—70°С на 10—15 мин. Периодически встряхивают до полного растворения содержимого колбы. Доводят объем раствора до 100 мл водой. Срок хранения в холодильнике до 1 месяца.

ПР N 3 — 2,6-дибром-N-хлорхинонимин, х.ч., 0,5%-ный раствор в гексане.

ПР N 4 — азотнокислое серебро. Взвешивают 1 г азотнокислого серебра и растворяют в 99 мл воды. Опрыскивают пластинки после гидролиза 20%-ным раствором гидроксида натрия. Хранят реактив в холодильнике до 2 недель.

Подвижная фаза: хлороформ-ацетон-гексан (3:1:1), гексан-ацетон (3:2) и хлороформ.

Натрий хлористый, х.ч., ГОСТ 4233—77, 10%-ный раствор.

Вата гигроскопическая, обезжиренная кипячением в дисстиллированной воде в течение 30 мин и высушенная.

Алюминия оксид, II степени активности для хроматографии, ТУ 6-09-3916—75.

Кальций сернокислый безводный, чда, ГОСТ 3210—74.

Хроматографические пластинки "Силуфол", 15 х 15 см.

3. Приборы и посуда

Газовый хроматограф с термоионным (ТИД) или электроннозахватным (ЭЗД) (или детектором постоянной скорости рекомбинации (ДПР)) детектором.

Ротационный вакуумный испаритель ИР-1М с набором колб, ТУ 2811-917—74, или аналогичный аппарат для отгонки растворителей.

Аппарат для встряхивания.

Термостат.

Колбы мерные, цилиндры, ГОСТ 1770—74.

Пипетки, микропипетки, ГОСТ 20292—74.

Склянки химические вместимостью 50—100 мл, ГОСТ 13394—72.

Воронки химические, ГОСТ 8613—75.

Воронки делительные, ГОСТ 8613—75.

Колбы грушевидные (для отгонки растворителей), ГОСТ 10394—72.

Хроматографическая камера, ГОСТ 10565—75.

Камера для опрыскивания пластинок, ГОСТ 10565—75.

Пульверизатор стеклянный, ГОСТ 10391—74.

Баня водяная, ТУ 64-12350—76.

Стеклянные капилляры для нанесения проб на хроматографические пластинки.

Стеклянные пластинки, размер 9 х 12 или 12 х 15 см.

Микрошприц МШ-10.

Колонки стеклянные хроматографические длиной 1 м и внутренним диаметром 3 мм.

Секундомер.

Лупа измерительная.

4. Проведение измерения. Условия проведения смыва

Смыв с кожных покровов (5х5) см проводят способом обмыва. Для этого в фарфоровую чашку наливают 20 мл воды. Ватным тампоном 0,3 г, смоченным в воде, обмывают участок поверхности кожи (5х5) см сверху вниз. При этом тампон несколько раз опускают в чашку с водой. Одновременно проводят смыв с кожи у рабочих, не контактирующих с фосфамидом.

Условия анализа

Ватный тампон тщательно отжимают стеклянной палочкой, персносят на воронку с фильтром и промывают дважды по 20 мл дистиллированной водой. Растворы объединяют, фильтруют, подкисляют 0,1 н раствором HCl до pH 4—5, раствор перемешивают, приливают 30 мл 10% раствора хлористого натрия и дважды экстрагируют в делительной воронке 20 мл хлороформа в течение 30—40 мин. Хлороформ отделяют. Хлороформные экстракты объединяют, пропускают через безводный сернокислый натрий, фильтруют. Отгоняют растворитель примерно до 0,2—0,5 мл. Остаток испаряют при комнатной температуре досуха. К сухому остатку приливают 1 мл гексана.

Газохроматографический анализ

Определение фосфамида проводят с использованием термоионного детектора или детектора постоянной скорости рекомбинации. В случае применения термоионного детектора стеклянную хроматографическую колонку заполняют хроматоном N-AW-DMCS с 5% жидкой фазы SE-30. При анализе фосфамида с использованием детектора постоянной скорости рекомбинации применяют хроматон N-AW-DMCS с 5% XE-60.

Кондиционирование колонки проводят в течение 12 часов при температуре термостата 200 °С при отключенном детекторе.

Для анализа берут 1—2 мкл пробы. Для количественного определения используют метод абсолютной калибровки. Для этого готовят градуировочные растворы с содержанием 0,2 мкг/мл, 0,4 мкг/мл, 0,8 мкг/мл, 2 мкг/мл, 10 мкг/мл фосфамида соответствующим разведением стандартного раствора N 2. Срок хранения градуировочных растворов 2 дня.

На основании полученных данных строят градуировочный график зависимости площади пика от заданной концентрации. Площадь пика измеряют умножением высоты на ширину, измеренную на половине высоты, полученной из пяти параллельных определений.

Условия калибровки и анализа должны быть идентичны.

	ТИД	ЭЗД или ДПР
Температура термостата колонок	180 °С	180 °С
Температура испарителя	230 °С	230 °С
Температура термостата детектора	—	190 °С
Скорость потока газа-носителя, мл/мин	20—25	40—60
Скорость потока водорода, мл/мин	20	—
воздуха, мл/мин	240	240
Скорость движения диаграммной ленты	240 мм/ч	240 мм/ч
Время удерживания фосфамида, мин	2,1	4,8
P = 0 аналога (метаболит)	1,6 мин	5,9 мин
Время выхода растворителей, мин	0,3	0,3—0,5

Анализ методом тонкослойной хроматографии

Готовят хроматографические пластинки с оксидом алюминия. Взвешивают 50 г оксида алюминия, просеянного через сито 100 меш., прибавляют 5 г безводного сернокислого кальция и 75 мл воды. Встряхивают в колбе до образования однородной массы. Наливают тонким слоем на 10 стеклянных пластинок размером (9x12) см или 8 пластинок (12x15) см. Сушат на воздухе около 10—12 ч. Хранят в эксикаторе. 0,1 мл анализируемой пробы наносят на хроматографическую пластинку на линию старта. Из стандартного раствора N 2 готовят градуировочные растворы с содержанием фосфамида 5 мкг/мл, 10 мкг/мл, 20 мкг/мл, 40 мкг/мл, 80 мкг/мл, 100 мкг/мл. Слева и справа от пробы наносят 0,1 мл градуировочных растворов, что соответствует содержанию 0,5 мкг, 1 мкг, 2 мкг, 4 мкг, 8 мкг, 10 мкг фосфамида. Диаметр пятна не должен превышать 5 мм. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, куда предварительно за 15—20 мин наливают одну из подвижных фаз хлороформ-ацетон-гексан (3:1:1), гексан-ацетон (3:2), хлороформ. После поднятия фронта растворителя на высоту 10—12 см пластинку извлекают из камеры, оставляют до улетучивания растворителей, а затем применяют один из проявляющих реагентов.

Если хроматографирование проводят на пластинках "Силуфол", то используют проявляющие реагенты NN 1 или 2; или 3. После опрыскивания пластинки ПР N 1, через 15—20 мин опрыскивают 2% раствором лимонной кислоты. Фосфамид и его метаболит P=0 аналог окрашиваются в синий цвет на светло-желтом фоне пластинки. Если применяют ПР N 2, то сразу же после опрыскивания фосфамид окрашивается в светло-коричневый цвет (иногда с желтоватой серединой). После опрыскивания ПР N 3 пластинку следует поместить в сушильный шкаф при 110—115°С на 2—3 мин. На светлом фоне пластинки зона локализации фосфамида окрашивается в ярко-красный цвет, а P=0 аналога — в рябиново-желтый. Величина R_f фосфамида = 0,55—0,6, R_f P = 0 аналога = 0,2—0,25.

Если хроматографирование проводили на пластинках с оксидом алюминия в подвижной фазе-хлороформ, то используют проявляющий реагент-ПР N 4. После улетучивания следов хлороформа пластинку опрыскивают 20%-ным раствором гидроксида натрия, а после подсушивания слоя — ПР N 4. Помещают в сушильный шкаф при 105—110°С на 5 минут. Зона локализации фосфамида и некоторых его метаболитов окрашивается в серо-черный цвет. Величина R_f фосфамида = 0,4, карбметоксиметилдитиофосфата = 0,5, диметилдитиофосфорной кислоты = 0,3, R_f P=0 аналога = 0,15—0,2.

Для количественной оценки с помощью промасленной миллиметровой бумаги измеряют размеры и вычисляют площадь пятна фосфамида на хроматограмме пробы и стандарта, наиболее близкого по размерам к пятну пробы.

Расчет концентрации

Концентрацию фосфамида в мг/см^2 (С) рассчитывают по формуле:

$$C = \frac{Q}{S},$$

где Q — количество фосфамида во всей пробе, мг;
S — площадь исследуемой части тела, см^2.

Приложение

ПЕРЕЧЕНЬ
учреждений, представивших Методические указания по измерению содержания вредных веществ на коже

NN п/п	Методические указания	Учреждения, представившие Методические указания
1	2	3
1.	Фотометрическое измерение содержания акрилонитрила	Саратовский Мед. институт
2.	Газохроматографическое измерение содержания бензина	НИИ ГТиПЗ АМН СССР Уфимский НИИ ГТиПЗ
3.	Фотометрическое измерение содержания бензола	Московский НИИ гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
4.	Газохроматографическое измерение содержания гваякола и о-анизидина	Горьковский НИИ ГТиПЗ
5.	Хроматографическое измерение содержания гексаметилендиамина	Грузинский НИИ ГТиПЗ
6.	Газохроматографическое измерение содержания гексахлорбензола	Горьковский НИИ ГТиПЗ
7.	Хроматографическое измерение содержания гептилового и амилового спирта	Московский НИИ гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
8.	Фотометрическое измерение содержания диаминотолуола (толуилендиамина), диизоцианатолуола (толуилендиизоцианата) и диизоцианодифенилметана (дифенилметандиизоцианата)	Горьковский НИИ ГТиПЗ
9.	Газохроматографмческое измерение содержания дибутилфталата	НИИ ГТиПЗ АМН СССР, г. Москва
10.	Газохроматографическое измерение содержания диметилформамида	НИИ ГТиПЗ АМН СССР, г. Москва
11.	Газохроматографическое измерение содержания диметилэтанамида (диметилацетамида)	Горьковский НИИ ГТиПЗ
12.	Газохроматографическое измерение содержания N,N-диэтил-м-толуамида	НИИ ГТиПЗ АМН СССР
13.	Хроматографическое измерение содержания ксилидина	
14.	Спектрофотометрическое измерение содержания лития хлористого	Горьковский НИИ ГТиПЗ
15.	Измерение содержания лития хлористого методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии	Горьковский НИИ ГТиПЗ
16.	Газохроматографическое измерение содержания метанола	Московский НИИ гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
17.	Фотометрическое измерение содержания метанола и формальдегида	Донецкий НИИ ГТиПЗ
18.	Хроматографическое измерение содержания метилтестостерона и метандростенолона	НИИ лексредств
19.	Газохроматографическое измерение содержания α-монохлорпропионовой, 2,2-дихлорпропановой (α, α-дихлорпропионовой) кислот и 2,2-дихлорпропаноилата натрия (Na-соль α, α-дихлорпропионовой кислоты)	Горьковский НИИ ГТиПЗ
20.	Хроматографическое измерение содержания рицида II	Львовский мединститут
21.	Фотометрическое измерение содержания ртути	Горьковский НИИ ГТиПЗ
22.	Фотометрическое измерение содержания свинца	Новосибирский НИИ гигиены

23.	Полярографическое измерение содержания свинца	НИИ ГТиПЗ АМН СССР
24.	Атомно-абсорбционное измерение свинца	Рижский Медицинский институт
25.	Фотометрическое измерение содержания смазочных масел	Донецкий НИИ ГТиПЗ
26.	Спектрографическое измерение содержания сульфатов меди и никеля, хлоридов олова и палладия	Горьковский НИИ ГТиПЗ
27.	Фотометрическое измерение содержания танина	Грузинский НИИ ГТиПЗ
28.	Хроматографическое измерение содержания тестостерона и эфиров тестостерона-пропионата, фенилпропионата, изокапроната, каприната и энантата	НИИ лексредств
29.	Фотометрическое измерение содержания о- и п-толуидинов; о- и п-нитроанилинов, 3,4-дихлоранилина, анилина, о-анизидина и п-фенилендиамина	Горьковский НИИ ГТиПЗ
30.	Фотометрическое измерение содержания толуола	Московский НИИ гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
31.	Газохроматографическое измерение содержания 1-фенил-4,5-дихлорпиридазона (дихлорпиридазона) и 1-фенил-6-амино-5-хлопиридазона-6 (феназона)	Горьковский ННИ ГТиПЗ
32.	Газохроматографическое измерение содержания фенола	Московский НИИ гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
33.	Хроматографическое измерение содержания фосфамида	Киевский НИИ ГТиПЗ
34.	Хроматографическое измерение содержания хлорбензола, трихлорбензола, тетрахлорбензола	Горьковский НИИ ГТиПЗ
35.	Фотометрическое измерение содержания цианамида натрия	Горьковский НИИ ГТиПЗ
36.	Газохроматографическое измерение содержания циклогексанона и метилизобутилкетона	Московский НИИ гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
37.	Газохроматографическое измерение содержания циклогексанона и циклогексанола	Московский НИИ гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
38.	Фотометрическое измерение содержания диметиламиноциклогексана	Горьковский НИИ ГТиПЗ
39.	Газохроматографическое измерение содержания бензола, толуола, ксилола	Московский НИИ гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана
40.	Газохроматографическое измерение содержания ксилола	Московский НИИ гигиены им. Ф.Ф.Эрисмана

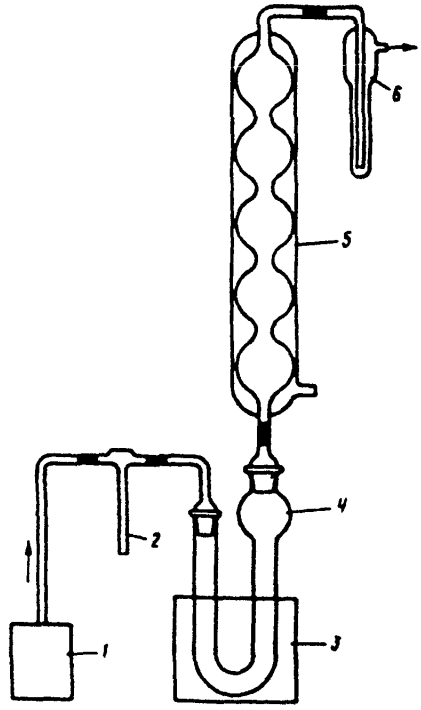

Рис. 1. Установка для извлечения ртути:

1 — микрокомпрессор;
2 — реометр;
3 — песчаная баня;
4 — десорбер;
5 — холодильник;
6 — поглотительный прибор

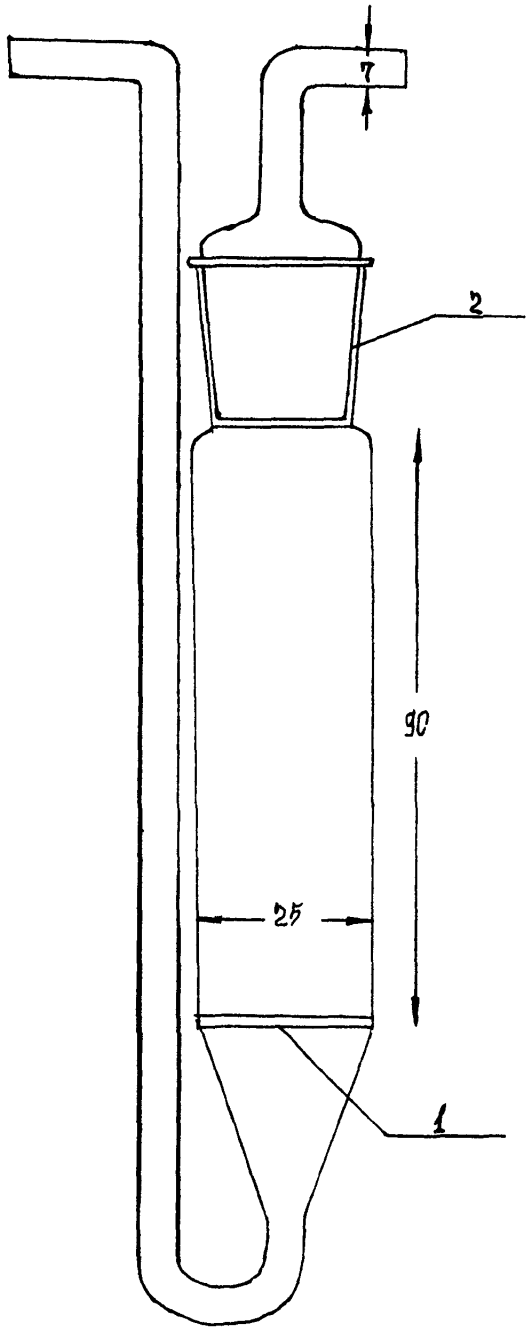

Рис. 2. Десорбер для извлечения NaCN:
1 — стеклянная перфорированная или пористая пластинка;
2 — пришлифованная головка

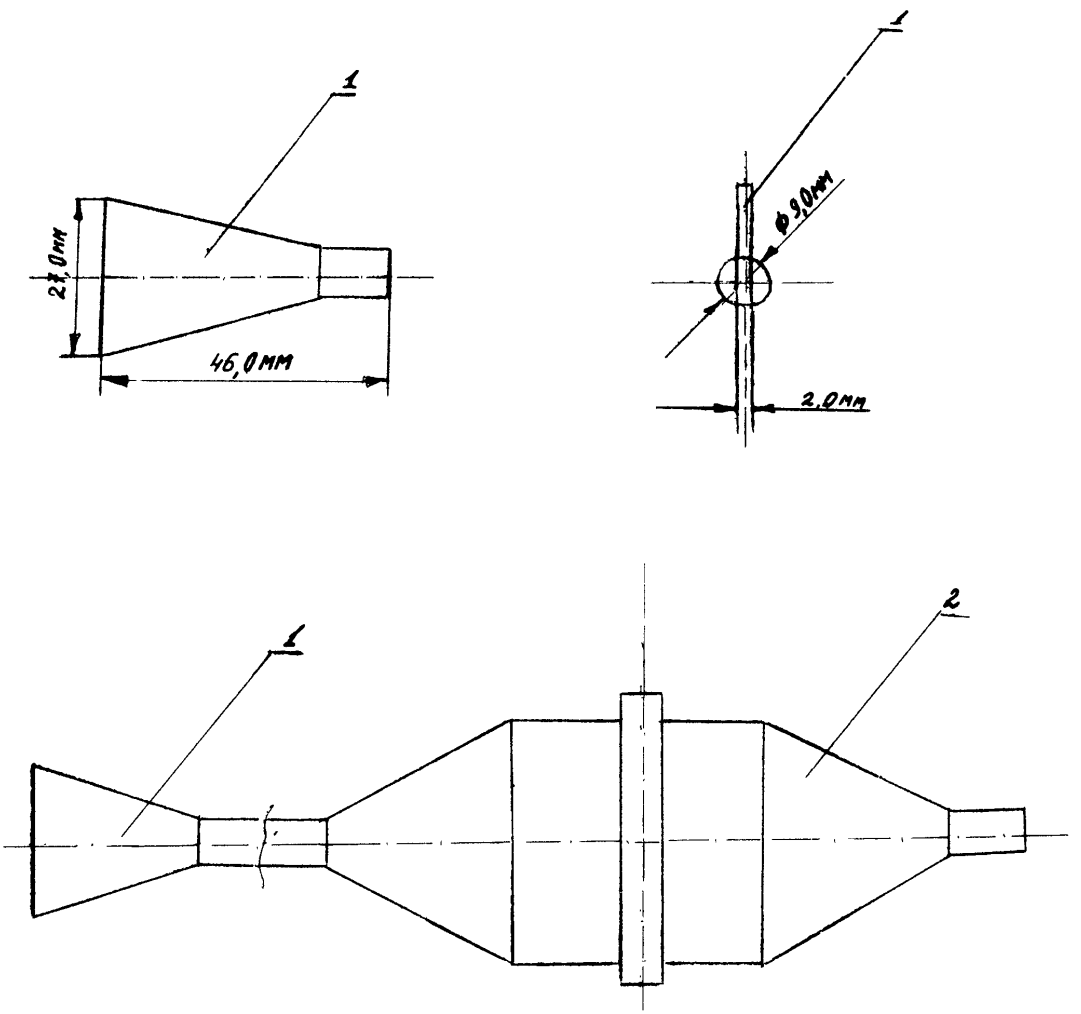

Рис. 3. Система отсоса веществ пылевидных:
1 — насадка;
2 — фильтродержатель с насадкой

СОДЕРЖАНИЕ

Введение . . . 3

Методические указания по фотометрическому измерению содержания акрилонитрила на коже . . . 7

Методические указания по газохроматографическому измерению содержания бензина на коже . . . 9

Методические указания по фотометрическому измерению содержания бензола на коже . . . 11

Методические указания по газохроматографическому измерению содержания гваякола и о-анизидина на коже . . . 13

Методические указания по хроматографическому измерению содержания гексаметилендиамина на коже методом тонкослойной хроматографии . . . 15

Методические указания по газохроматографическому измерению содержания гексахлорбензола на коже . . . 17

Методические указания по хроматографическому измерению содержания гептилового и амилового спирта на коже . . . 19

Методические указания по фотометрическому измерению содержания диаминотолуола (толуилендиамина), диизоцианатолуола (толуилендиизоцианата) и диизоцианодифенилметана (дифенилметандиизоцианата) на коже и спецодежде . . . 21

Методические указания по газохроматографическому измерению содержания дибутилфталата на коже . . . 24

Методические указания по газохроматографическому измерению содержания диметилформамида на коже . . . 26

Методические указания по газохроматографическому измерению содержания диметилэтанамида (диметилацетамида) на коже . . . 28

Методические указания по газохроматографическому измерению содержания диэтил-толуамида на коже . . . 30

Методические указания по хроматографическому измерению содержания ксилидина на коже . . . 32

Методические указания по спектрографическому измерению содержания хлористого лития на коже . . . 34

Методические указания по измерению содержания лития и его соединений на коже методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии . . . 36

Методические указания по газохроматографическому измерению содержания метанола на коже . . . 38

Методические указания по фотометрическому измерению содержания метанола и формальдегида на коже . . . 40

Методические указания по хроматографическому измерению содержания метилтестостерона и метандростенолона на коже . . . 43

Методические указания по газохроматографическому измерению содержания 2-хлорпропановой (α-монохлорпропионовой), 2,2-дихлорпропановой (α, α-дихлорпропионовой) кислот и 2,2-дихлорпропаноилата натрия (Na-соль α, α-дихлорпропионовой кислоты) на коже . . . 45

Методические указания по хроматографическому измерению содержания рицида II на коже . . . 48

Методические указания по фотометрическому измерению содержания ртути на коже и спецодежде . . . 50

Методические указания по фотометрическому измерению содержания свинца на коже . . . 52

Методичекие указания по полярографическому измерению содержания свинца на коже . . . 54

Методические указания по измерению содержания свинца на коже методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии 56

Методические указания по фотометрическому измерению содержания смазочных масел на коже 58

Методические указания по спектрографическому измерению содержания сульфатов меди и никеля, хлоридов олова и палладия на коже 60

Методические указания по фотометрическому измерению содержания танина на коже и спецодежде 63

Методические указания по хроматографическому измерению содержания тестостерона и эфиров и тестостерона-пропионата, фенилпропионата, изокапроната, каприната и энантата на коже 65

Методические указания по фотометрическому измерению содержания о- и п-толуидинов, о- и п-нитроанилинов, 3,4-дихлоранилина, анилина, о-анизидина и п-фенилендиамина на коже и спецодежде 67

Методические указания по фотометрическому измерению содержания толуола на коже 70

Методические указания по газохроматографическому измерению содержания 1-фенил-4,5-дихлорпиридазона (дихлопиридазона) и 1-фенил-6-амино-5-хлорпиридазона-6 (феназона) на коже 72

Методические указания по газохроматографическому измерению содержания фенола на коже 74

Методические указания по хроматографическому измерению содержания фосфамида на коже 76

Методические указания по газохроматографическому измерению содержания хлорбензола, дихлорбензола, трихлорбензола и тетрахлорбензола на коже 79

Методические указания по фотометрическому измерению содержания цианида натрия на коже и спецодежде 82

Методические указания по газохроматографическому измерению содержани циклогексанона и метилизобутилкетона на коже 84

Методические указания по газохроматографическому измерению содержания циклогексанона и циклогексанола в смывах на коже 86

Методические указания по фотометрическому измерению содержания диметиламиноциклогексана (диметилциклогексиламина) на коже и спецодежде 88

Методические указания по газохроматографическому измерению содержания бензола, толуола, ксилола на коже 91

Методические указания по газохроматографическому измерению содержания ксилола на коже 94

Приложение 96

gost.e-ecolog.ru