МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Выпуск N 27
(в двух частях)

часть 1

"Рарог" МП
Москва, 1992 г.

gost.e-ecolog.ru

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РСФСР САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОГО НАДЗОРА

П О С Т А Н О В Л Е Н И Е

06.02.92 г. **N 1**

Москва

О порядке действия на территории Российской Федерации нормативных актов бывшего Союза ССР в области санитарно-эпидемиологического благополучия населения

Государственный комитет санитарно-эпидемиологического надзора при Президенте Российской Федерации на основании Закона РСФСР "О санитарно-эпидемиологическом благополучии населения" и Постановления Верховного Совета РСФСР "О ратификации Соглашения о создании Содружества Независимых Государств" от 12 декабря 1991 года п о с т а н о в л я е т :

Установить, что на территории России действуют санитарные правила, нормы и гигиенические нормативы, утвержденные бывшим Министерством здравоохранения СССР, в части, не противоречащей санитарному законодательству Российской Федерации.

Указанные документы действуют впредь до принятия соответствующих нормативных актов Российской Федерации в области санитарно-эпидемиологического благополучия населения.

Председатель Госкомсанэпиднадзора
Российской Федерации Е.Н.Беляев

АННОТАЦИЯ

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 27 в двух частях) предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и санитарных лабораторий промышленных предприятий 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 разработывают и утверждают с целью обечпечения 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 в требованиями ГОСТ 12.1.005-88 "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

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Выпуск N 27

(в двух частях)

часть 1

"Рарог" МП

Москва, 1992 г.

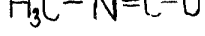
ISBN-5-87372-006-1

© "Рарог" МП 1992 г.

Ответственные редакторы: Антонов Н.М., Мартынова Н.В.,
Подольский В.М.
Технический редактор: Федосеева О.О.

"УТВЕРЖДАЮ"
Заместитель Главного государственного
санитарного врача СССР
_____ В.И.Чибураев
28 декабря 1990 г.
N 5254-90

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по газохроматографическому измерению концентраций метилизоцианата в воздухе рабочей зоны



М.м. 57,05

Метилизоцианат (метиловый эфир изоциановой кислоты) - бесцветная жидкость с резким запахом, Ткип. 37-38°С, плотность 0,962. Насыщающая концентрация при 20°С - 1246 мг/л. При растворении в спирте и воде разлагается, растворяется в бензоле и эфире.

В воздухе находится в виде пара.

Метилизоцианат относится к высокотоксичным соединениям, раздражает слизистые оболочки глаз и верхних дыхательных путей.

ПДК в воздухе 0,05 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на превращении метилизоцианатана в этиловый эфир N-метилкарбаминовой кислоты и далее в N-нитрозопроизводное. Масса последнего соединения измеряется с помощью хроматографа с детектором по захвату электронов.

Отбор проб с концентрированием в этиловый спирт.

Нижний предел измерения метилизоцианата - 0,08 мкг/мл.

Нижний предел измерения метилизоцианата в воздухе 0,027 мг/м^3 (при отборе 9 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций от 0,027 до 0,7 мг/м^3.

Определению не мешают другие алифатические и ароматические изоцианаты, амины, спирты.

Суммарная погрешность определения не превышает ±25%.

Время выполнения анализа, включая отбор проб воздуха, 60 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф "Газохром 1106-Э" с детектором по захвату электронов (радиоактивный источник Ni63) или прибор другой марки с аналогичным детектором.

Хроматографическая колонка из стекла (1,5 м х 3 мм).

Аспирационное устройство.

Поглотительный прибор Зайцева.

Колбы мерные вместимостью 25 и 50 мл, ГОСТ 1770-74.

Пробирки со стеклянными пришлифованными пробками, вместимостью 20 мл, и градуированные конусообразные пробирки вместимостью 10 мл, ГОСТ 10515-75.

Пипетки вместимостью 1, 5 и 10 мл, ГОСТ 20292-74.

Микрошприц МШ-10, ГОСТ 8043-74.4

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Линейка измерительная, ГОСТ 427-75.

Реактивы, растворы и материалы

Соляная кислота, ГОСТ 3118-77, ч.д.а. или х.ч., 0,2 М раствор.

Натрий азотистокислый, ГОСТ 4197-74, х.ч., 300 мг нитрита натрия растворяют в 25 мл дистиллированной воды.

Спирт этиловый, ректификат, ГОСТ 8314-77, х.ч.

Бензол, ГОСТ 5955-75, х.ч.

Насадка для хроматографической колонки - 5% SE-30 на хроматоне N-AW HMDS (размеры частиц 0,25-0,315 мм), ЧССР, фирма "Хемапол".

Азот газообразный, особой чистоты, ГОСТ 9293-74, в баллоне с редуктором.

Натрий хлористый технический.

Метилизоцианат, чистота не менее 95%.

Стандартный раствор метилизоцианата N 1. Мерную колбу вместимостью 25 мл с 10-15 мл этилового спирта взвешивают, затем под тягой добавляют 2-3 капли метилизоцианата, снова взвешивают, содержимое мерной колбы доводят этанолом до метки и перемешивают. По разности двух взвешиваний находят массу метилизоцианата и расчитывают его содержание в 1 мл раствора.

Стандартный раствор N 2 с концентрацией метилизоцианата 0,02 мг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора N 1 этанолом.

Стандартный раствор N 3 с концентрацией метилизоцианата 2 мкг/мл готовят разбавлением в 10 раз стандартного раствора N 2 этанолом.

Стандартные растворы сохраняются месяц.

Отбор проб воздуха

Воздух с объемной скоростью 0,6 л/мин аспирируют через поглотительный прибор Зайцева, заполненный 3 мл этилового спирта. Поглотительный прибор охлаждают смесью мелкораздробленного льда и хлористого натрия при температуре минус 2-4^{0}С.

Пробы сохраняются две недели.

Подготовка к измерению

Градуировочные растворы (устойчивы две недели) готовят согласно таблице.

Таблица 28.

Шкала градуировочных растворов

N стандарта	Стандартный раствор N 2, 20 мкг/мл, мл	Стандартный раствор N 3, 2 мкг/мл, мл	Этиловый спирт, мл	Концентрация метилизоцианата, мкг/мл
1	2	3	4	5

1	2	3	4	5
1.		0,4	9,6	0,08
2.		1,0	9,0	0,20
3.	0,2		9,8	0,40
4.	0,4		9,6	0,80
5.	1,0		9,0	2,00

По 2 мл каждого градуировочного раствора наливают в пробирку с пришлифованной стеклянной пробкой, вместимостью 20 мл, охлаждают в бане со льдом и водой, приливают по 8 мл дистиллированной воды, перемешивают и экстрагируют 5 мл бензола. Экстракцию осуществляют осторожным переворачиванием пробирки на 150-180^{o}С 8 раз.

После расслоения по 2 мл из верхнего бензольного слоя переносят в другие такие же пробирки, в которые предварительно налито по 0,5 мл охлажденного раствора азотистокислого натрия. Затем приливают по 0,6 мл охлажденного 0,2 М раствора соляной кислоты и все при охлаждении энергично встряхивают 1-2 минуты. Пробирки охлаждают в бане с мелкораздробленным льдом. При нитрозировании избегают воздействия яркого искуственного и солнечного света.

После расслоения 1,5 мл бензольного раствора переливают в конусообразные градуированные пробрки, упаривают до 0,5 мл на водяной бане при 85-90^{o}С и 3 мкл (не менее 5 раз) вводят через самоуплотняющуюся мембрану в испаритель хроматографа. На хроматограмме измеряют высоту пика вещества, элюирующегося через 2 мин 54 с после ввода в колонку. Затем строят градуировочную кривую, откладывая на оси абсцисс концентрацию метилизоцианата в этиловом спирте в мкг/мл, а на оси ординат - соответствующую ей высоту пика в см.

Хроматограф к работе готовят согласно приложенной к нему инструкции. Хроматографическую колонку заполняют готовой насадкой 5% SE-30 на силанизированном хроматоне и кондиционируют при скорости потока азота 30-40 мл/мин в термостате прибора, отключив колонку от детектора и постепенно повышая температуру от 50 до 190^{o}С, в течение 24 часов.

Условия хроматографирования стандартных растворов и анализируемых проб

Температура термостатов:
испарителя $80^{o}C$
колонки $80^{o}C$
детектора $275^{o}C$
Скорость потоков газа-носителя азота:
через детектор 60 мл/мин
через колонку 25 мл/мин
Предел измерения электрометра $10 . 10^{-12}A$
Скорость протяжки диаграммной ленты 200 мм/ч
Объем вводимой пробы 3 мкл
Время удерживания анализируемого вещества 2 мин 54 с.

Для очистки колонки и детектора от тяжелых примесей за 1 час до окончания работы температуры термостатов колонки и детектора повышают до 150 и $290^{o}C$ соответственно и затем прибор охлаждают, отключают подачу азота и выключают весь прибор.

Проведение измерения

Содержимое поглотительного прибора переносят в градуированную пробирку и измеряют его объем. Затем 2 мл поглотительного раствора переносят в пробирку с пришлифованной стеклянной пробкой, вместимостью 20 мл, и обрабатывают точно так же, как и градуировочные растворы. 3 мкл из упаренного бензольного раствора вводят в испаритель хроматографа и на хроматограмме измеряют высоту пика вещества, элюирующегося через 2 мин 54 с после ввода.

По градуировочному графику находят концентрацию метилизоцианата в поглотительном растворе и рассчитывают его содержание в воздухе.

Расчет концентрации

Концентрацию метилизоцианата "С" в воздухе рабочей зоны (в $мг/м^3$) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot b}{V}$$, где

а - концентрация метилизоцианата, найденная по градуировочному графику, мкг/мл;
в - общий объем раствора пробы из поглотительного раствора, мл;
v - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, л (см. Приложение 1).

С О Д Е Р Ж А Н И Е

стр.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций адамантакарбоновой кислоты в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 3

2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аминов фракции С10-С16 и алкилдиметиламинов фракции С10-С16 в воздухе рабочей зоны (НПО "Синтез ПАВ"). 8

3. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций алсумина в воздухе рабочей зоны (Институт химии растительных веществ АН УзССР). 13

4. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций амиридина в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 17

5. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций N-ацетил-2,6-дихлордифениламина в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 21

6. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций беназола II в воздухе рабочей зоны (Узбекский НИИ санитарии, гигиены и ПЗ). 25

7. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций бензерафина в воздухе рабочей зоны (Институт химии растительных веществ АН УзССР). 29

8. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций бензойной кислоты в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 33

9. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бензола и гексана в воздухе рабочей зоны с применением для отбора пассивных дозиметров (НИИ ГТиПЗ АМН СССР). 37

10. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций бора в воздухе рабочей зоны (п/я Г-4236). 42

11. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций элементарного бора в воздухе рабочей зоны (Свердловский МНЦП и ОЗ рабочих предприятий). 47

12. Методические указания по измерению концентраций бромантана в воздухе рабочей зоны методом высокоэффективной жидкостной хроматографии (НИИ лексредств). 51

13. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций "ВРП-1" (водорастворимого полиэлектролита) в воздухе рабочей зоны (Узб. НИИ санитарии, гигиены и ПЗ). 55

14. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций гидроксохлорида рутения в воздухе рабочей зоны (1 мединститут, ГОСНИИХЛОРПРОЕКТ). 59

15. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диалкилфталата С810 (ДАФ810) в воздухе рабочей зоны (ВНИИХИМпроект). 63

16. Методические указания по хроматоспектрофотометрическому измерению концентраций 2,2-дибензотиазолдисульфида (альтакса) в воздухе рабочей зоны (Узбекский НИИ санитарии, гигиены и ПЗ). 67

17. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций N,N'-диметил-(3,5-дитретбутил-4оксибензил)-амина (агидола-3) в воздухе рабочей зоны (Башкирский мединститут). 71

18. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций диметилового эфира метилдодецендикарбоновой кислоты в воздухе рабочей зоны (Ростовский-на-Дону мединститут). 76

19. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 2-(2,4-динитрофенил)тиобензтиазола (ДНТБ) в воздухе рабочей зоны (Узбекский НИИ санитарии, гигиены и ПЗ). 80

20. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций диоксана в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ АМН СССР). 84

21. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций дисвинецникель-дисалицилатдигидроксида в воздухе рабочей зоны (Ростовский-на-Дону мединститут). 88

22. Методические указания по газохроматографическому измерению N,N'-дитиодиморфолина в воздухе рабочей зоны (Узбекский НИИ санитарии, гигиены и ПЗ). 93

23. Методические указания по измерению концентраций дифенама-4Н в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии (Узбекский НИИ санитарии, гигиены и ПЗ). 97

24. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 1,5-дифеноксиантрахинона в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ, Харьков). 101

25. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 2,6-дихлорацетанилида в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредсв). 105

26. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 1,3-дихлор-5,5-диметилгидантоина (дихлорантина) в воздухе рабочей зоны (ГОСНИИХлорпроект). 109

27. Методические указания по измерению концентраций 2,6-дихлордифениламина в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии (НИИ лексредств). 113

28. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 2,6-дихлор-4-нитроацетанилида в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 117

29. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-(2,6-дихлорфенил)-2-индолинона в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 121

30. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций добезилата кальция в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 126

31. Методические указания по измерению концентраций ингибитора ВНХ-101 методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны (Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний). 130

32. Методические указания по измерению концентраций ингибитора ЛНХ-Л-210 (фтористого циклогексиламмония) в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии (Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний). 135

33. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций изоникотиновой кислоты в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 139

34. Методические указания по газохроматографичекому измерению концентраций индена в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ АМН СССР). 143

35. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изоамилового спирта в воздухе рабочей зоны (Азербайджанский НИИ ГТиПЗ). 147

36. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций итаконовой кислоты в воздухе рабочей зоны (Куйбышевский медицинский институт, НПО "Наирит"). 151

37. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 2-карбэтоксиамино-10-(β -хлорпропиония)-фенотиазина в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 155

38. Методические указания по измерению концентраций красителей дисперсного оранжевого 2К полиэфирного, дисперсного алого полиэфирного, дисперсного рубинового полиэфирного в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии (НИИ ГТиПЗ, Харьков). 159

39. Методические указания по измерению ксилита в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии (Узбекский НИИ санитарии, гигиены и ПЗ). 164

40. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации люминофора Р-14 в воздухе рабочей зоны (Ставропольский мединститут). 168

41. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций люминофора ФЛ-543-1 в воздухе рабочей зоны (Ставропольский мединститут). 172

42. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций люминофора ФГИ-627/593-1 в воздухе рабочей зоны (Ставропольский мединститут). 177

43. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций мерказолила (2-меркапто-1-метилимидазол) в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ АМН СССР). 182

44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций α-метилбензилового эфира ацетоуксусной кислоты и α-метилбензилового эфира

2-хлорацетоуксусной кслоты в воздухе рабочей зоны (Куйбышевский НИИ гигиены). 186

45. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций α-метилбензилового спирта в воздухе рабочей зоны (Куйбышевский НИИ гигиены). 191

46. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций метилдиэтаноламина в воздухе рабочей зоны (Ленинградсткий НИИ ГТиПЗ). 195

47. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метилизоцианата в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ АМН СССР). 200

48. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций метилового эфира п-оксибензойной кислоты (нипагина) в воздухе рабочей зоны (ВНИИантибиотиков, Ленинград). 206

49. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 2-метил-3-окси-4,5- дихлор метилпиридина гидрохлорида (дихлорид) в воздухе рабочей зоны (Новокузнецкий филиал НИХФИ). 210

50. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций метоксихлора в воздухе рабочей зоны (Белорусский санитарно-гигиенический институт). 215

51. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций мидантана в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств). 219

52. Методические указания по измерению концентраций монохлоркетона и дихлоркетона методом тонкослой-ной хроматографии в воздухе рабочей зоны (ВНИИГИНТОКС, Киев). 224

53. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 4-морфолино-2,5-диоксиэтил-бензолдиазоний тетрафторбората и 4-морфолино-2,5-дибутоксибензолдиазоний тетрафторбората в воздухе рабочей зоны (Белорусский санитарно-гигиенический институт). 228

54. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций натриевой соли ди-н-пропилуксусной кислоты (ацедипрол) в воздухе рабочей зоны (Новокузнецкий филиал НИХФИ). 233

55. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 4-нитро-2-аминофенола и 5-нитро-2-аминофенола в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ АМН СССР). 238

Продолжение см. во II части сборника "Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны" в. 27.

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны.
Выпуск N 27 (в двух частях) часть 1.

М.: МП "Papor", 1992. - 252 с.

Формат 60x84/16. Бумага офсетная. Гарнитура "Балтика". Печать офсетная. Усл. печ. л. 16. Тираж 2500. 1 часть. Заказ 1156.

Типография Минстанкопрома

д. 132.

gost.e-ecolog.ru