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

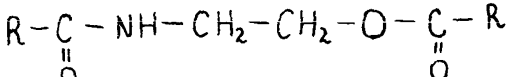
© "Рарог" МП 1992 г.

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 5238-90

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по измерению концентрации ингибитора ВНХ-101 в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии.



$R = C_{19}H_{19} \div C_{15}H_{31}$

М.м. 409-427

ВНХ-101 эфир моноэтаноламида - органический ингибитор коррозии металлов отечественного производства. Пастообразное вещество светлого цвета со слабым специфическим запахом, Ткип = 230°С. Растворим в спиртах, ацетоне, не растворим в воде.

В воздухе ингибитор находится в виде аэрозоля.

Ингибитор умеренно опасное соединением со слабо выраженными кумулятивными свойствами.

ОБУВ в воздухе для ингибитора ВНХ-101 - 5 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на хроматографии ингибитора в тонком слое силикагеля с последующим проявлением хроматограмм растворами: раствор о-толидина (1) или KJ - крахмального реагента (2) (после предварительной обработки пластинки "Силуфол" молекулярным хлором).

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения ингибитора в анализируемом объеме раствора 1 мкг.

Нижний предел измерения ВНХ-101 - 2 мг/м^3 в воздухе (при отборе 4 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций для ингибитора от 2 до 30 мг/м^3.

Измерению не мешают наполнители, которые входят в состав ингибитора; могут мешать амиды типа $RCONH_2$, RCONHR' и капролактам.

Суммарная погрешность при использовании пластинок "Силуфол" не превышает ±19,5%.

Продолжительность анализа, включая отбор проб, составляет 3 часа.

Приборы, аппаратура, посуда

Аспирационное устройство, ТУ 46-22-603-75.
Фильтродержатели, ТУ 95-7205-77.
Баня водяная, ТУ 614-2650-76.
Камера хроматографическая, ГОСТ 10565-75.
Колбы мерные вместимостью 100 мл и 50 мл, ГОСТ 1770-74.
Колбы конические вместимостью 100 мл, ГОСТ 10394-72.
Пипетки вместимостью 1 и 10 мл, ГОСТ 20292-77.
Микропипетки вместимостью 0,1 и 0,2 мл, ГОСТ 20292-74.
Пробирки, ГОСТ 10515-75.
Бюксы вместимостью 10 мл, ГОСТ 1770-74.
Цилиндры мерные вместимостью 50 мл, ГОСТ 1770-74.
Воронки химические диаметром 30 мм, ГОСТ 8613-76.
Пульверизаторы стеклянные, ГОСТ 10391-72.
Эксикатор, ГОСТ 25336-86.
Чашка Петри, ГОСТ 10973-75.

Реактивы, растворы и материалы

ВНХ-101 готовый образец ($T_{кип}$= 230°C).
Хлороформ, ГОСТ 215-74, х.ч.
Спирт этиловый ректификат, ГОСТ 5962-75.
Бензол, ГОСТ 5955-75, х.ч.
Диэтиловый эфир, ГОСТ 6262-79, х.ч.
Пропиловый спирт, ТУ 6-09-4344-77, х.ч.
Ацетон, ГОСТ 2603-79, ч.д.а.
Кислота уксусная ледяная, ГОСТ 61-69, ч.д.а.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77, х.ч.

Калий иодистый, ГОСТ 4232-74, х.ч., 1%-ный раствор.

Крахмал растворимый, ГОСТ 10163-76.

Калий марганцевокислый, ГОСТ 20490-75, х.ч.

О-толидин, МРТУ 6-09-6337-69.

Проявляющий реактив 1. 160 мг о-толидина растворяют в 30 мл ледяной уксусной кислоты, доводят до 500 мл и вносят 1 г иодистого калия.

Проявляющий реактив 2. Смешивают 5 мл 1%-ного иодистого калия с 5 мл 3%-ного свежеприготовленного раствора крахмала и добавляют 2 мл этилового спирта. Реактив используется свежеприготовленным.

Стандартный раствор ВНХ-101 N 1 с концентрацией 1 мг/мл готовят растворением 100 мг вещества в мерной колбе вместимостью 100 мл. В качестве растворителя используют хлороформ.

Стандартный раствор ВНХ-101 N 2 с концентрацией 100 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора N 1.

Фильтры бумажные "синяя лента" перед использованием помещают в хроматографическую камеру с ацетоном на 10 мин, высушивают на воздухе с целью освобождения их от мешающих коэкстрактивных веществ.

Отбор проб воздуха

Воздух с объемным расходом 1 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента".

Для измерения 1/2 ОБУВ по расчету следует отобрать 3,2 л воздуха. Рекомендуется отбирать не менее 4 л воздуха. Пробы сохраняются в холодильнике в течение 3-х суток.

Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой ингибитора ВНХ-101 помещают в бюкс, заливают 7 мл хлороформа, встряхивают и оставляют на 30 минут. Содержимое бюкса переносят в стакан вместимостью 25 мл. Фильтр вынимают, отжимают на воронке стеклянной палочкой, ополаскивают бюкс и промывают фильтр дважды 0,5 мл раство-

рителя до получения общего объема экстракта 8 мл. Из объединенных экстрактов отбирают аликвотную часть пробы 1 мл, концентрируют на водяной бане до объема 0,1-0,2 мл и количественно наносят на хроматографическую пластинку таким образом, чтобы диаметр пятна не превышал 0,5 см. Одновременно на стартовую линию пластинки наносят стандартный раствор N 2 в количестве от 0,01 до 0,15 мл, что соответствует 1-15 мкг вещества.

Пластинку помещают в камеру для хроматографирования с растворителями бензол - пропиловый спирт (98:9). Если в воздухе присутствует капролактам, можно использовать в качестве системы для разделения пропиловый спирт ($Rf_К$ = 0,42; $Rf_{ВНХ}$ = 0,90). После того, как подвижный растворитель поднимется на 10 см, пластинку вынимают из камеры, отмечают линию фронта растворителя и высушивают на воздухе в вытяжном шкафу. Затем пластинку помещают на 5-7 минут в эксикатор в атмосферу хлора. Хлор получают смешением 4-5 г марганцевокислого калия с 12-15 мл концентрированной соляной кислоты в чашке Петри, которую помещают на дно эксикатора. После этого пластинку оставляют на воздухе для удаления паров хлора и затем обрабатывают проявителем. Ингибитор ВНХ-101 проявляется на хроматограмме в виде синих пятен, которые через 5 минут приобретают желтую окраску, величина Rf = 0,32 $\pm$0,03.

Количественное измерение содержания ингибитора в пробе проводят путем измерения площади пятен проб и стандартов с помощью планиметра или с помощью прозрачной бумаги. В последнем случае прозрачную бумагу с пятнами, переведенными с пластинки, накладывают на миллиметровую бумагу и переносят на нее контуры этих пятен. Для расчета выбирают пятно стандарта, площадь которого наиболее близка к площади пятна пробы.

Расчет концентрации

Количество ингибитора в мкг "а" в анализируемом объеме пробы находят по формуле:

$$a = \frac{a_1 \cdot S_{пр}}{S_{ст}}$$, где

a1 - количество вещества на хроматограмме стандарта, мкг;
Sпр - площадь пятна на хроматограмме пробы, мм^2;
Sст - площадь пятна на хроматограмме стандарта, мм^2;

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

$$C = \frac{a \cdot в}{б \cdot V}$$, где

а - содержание ингибитора, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг;
в - общий объем пробы, мл;
б - объем пробы, взятый для анализа, 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