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

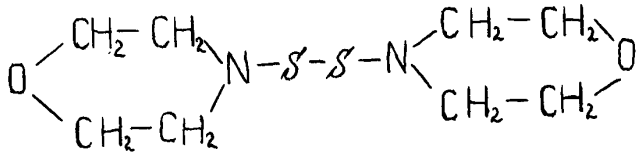
© "Рарог" МП 1992 г.

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 5229-90

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по газохроматографическому измерению концентраций N,N'-дитиодиморфолина (ДТДМ) в воздухе рабочей зоны



$C_8H_{16}N_2S_2O_2$ М.м. 236,35

N,N'-дитиодиморфолин (ДТДМ) представляет собой кристаллический порошок белого цвета, растворим в ацетоне, этаноле, бензоле, дихлорэтане. Растворимость в воде (при 20°С) 3 мг/л. Температура плавления 122°С. Удельный вес 1,34. Агрегатное состояние в воздухе - аэрозоль.

ЛД50 для б. мышей - 2500 (1871÷3129) мг/кг, б. крыс - 6250 (4998÷7502) мг/кг, кроликов - 4700 мг/кг, III класс опасности.

ПДК N,N'-дитиодиморфолина - 5,0 мг/м^3.

Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением детектора электронного захвата.

Отбор проб с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме пробы 0,02 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе - 2,5 мг/м^3 (при отборе 8 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 2,5 до 10 мг/м^3.

Измерению не мешают: сульфиды, сера.

Суммарная погрешность измерения не превышает ±19,5%.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, 30 минут.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф с детектором по захвату электронов.

Хроматографическая колонка стеклянная длиной 1 м и внутренним диаметром 2 мм.

Секундомер, ГОСТ 5072-79.

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели, ТУ 95-743-80.

Ротационный испаритель ИР-1.

Микрошприцы МШ-10 вместимостью 10 мкл.

Посуда лабораторная, мерная, ГОСТ 1770-74.

Реактивы, растворы и материалы

ДТДМ - х.ч.

Исходный стандартный раствор с содержанием 100 мкг/мл ДТДМ готовят растворением 10 мг препарата в ацетоне в мерной колбе вместимостью 100 мл. Раствор устойчив в течение 10 дней при +4^{0}С.

Ацетон,ГОСТ 2603-79, ч.д.а.

Бумажные фильтры "синяя лента", размером 70 мм, ТУ 6-09-1678-77.

Неподвижная фаза - Силоксановый каучук OV-1; 3%.

Твердый носитель - Хроматон "Super" с зернением 0,16-0,20 мм.

Азот газообразный в баллоне с редуктором.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 5 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента", укрепленный в фильтродержателе. Для измерения 1/2 ПДК достаточно отобрать 8 л воздуха.

Подготовка к измерению

Готовую насадку засыпают в хроматографическую колонку. Перед заполнением колонку моют хромовой смесью, водой, спиртом, ацетоном, сушат и продувают сухим воздухом. С одного конца колонку закрывают стекловатой, к другому концу подсоединяют воронку и заполняют насадкой, используя вакуумный насос при одновременном легком постукивании палочкой, после чего открытый конец колонки также закрывают стекловатой, колонку крепят в термостате прибора, не подключая к детектору, и стабилизируют в токе газа-носителя при температуре 240°С в течение 40-48 часов до получения стабильной нулевой линии.

Градуировочные растворы с содержанием от 10 до 80 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора растворителем. Градуировочные растворы устойчивы в течение 10 дней при +4°С. Градуировочные растворы готовят согласно таблице.

Таблица 14.

Шкала градуировочных растворов

N стандарта	Стандартный р-р (100 мкг/мл), мл	Растворитель, мл	Концентрация, мкг/мл
1.	0	10	0
2.	1	9	10
3.	2	8	20
4.	4	6	40
5.	6	4	60
6.	8	2	80

Для количественного определения используют метод абсолютной калибровки. В испаритель хроматографа через самоуп-

лотняющуюся мембрану вводят по 1 мкл каждого раствора, что соответствует 0,01; 0,02; 0,04; 0,06; 0,08 мкг/мл ДТДМ.

На основании полученных данных строят градуировочный график, выражающий зависимость площади пика ($мм^2$) от количества компонента (мкг). Построение градуировочного графика проводят из 5 параллельных определений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

Температура термостата колонки - 190°С

Температура испарителя - 250°С

Скорость потока газа-носителя (азота) - 40 мл/мин

Скорость движения диаграммной ленты - 600 мм/час

Время удерживания ДТДМ - 4 мин.

Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в стакан и экстрагируют 10 мл ацетона в течение 15 минут. Экстракт объединяют и отгоняют на ротационном испарителе до объема 0,3-0,5 мл, затем подсушивают на воздухе досуха.

Сухой остаток растворяют в 1 мл ацетона и 1 мкл вводят в испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану.

Расчет концентрации

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

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

а - количество вещества, найденное в анализируемом объеме по градуировочному графику, мкг;

в - общий объем экстракта пробы, мл;

б - объем экстракта пробы, взятый для анализа, мл;

V - объем анализируемого воздуха, 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