Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

(переработанные и дополненные технические условия, ВЫПУСКИ № 6-7)

Москва, 1982 г.

gost.e-ecolog.ru

Сборник методических указаний составлен на основе ранее опубликованных выпусков технических условий №№ 6-7. Включенные в сборник методики переработаны в соответствии с требованиями ГОСТ"а I2.1.005-76. Некоторые устаревшие методики заменены новыми.

Настоящие Методические указания распространяются на определение содержания вредных веществ в воздухе промышленных помещений при санитарном контроле и имеют ту же юридическую силу, что и Технические условия.

Методические указания подготовлены сотрудниками лабораторий санитарно-химических методов исследования Института гигиены труда и профессиональных заболеваний АМН СССР.

Редакционная коллегия: М.Д.Бабина, С.И.Муравьева, Т.В.Соловьева, В.Г.Овечкин

Утверждаю
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР
_____ А.И.Заченко
"12" июня 1981г.
№ 2603

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ЭТИЛМЕРКУРХЛОРИДА (ГРАНОЗАНА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

C_2H_5HgCl М = 265,13

I Характеристика метода

Определение основано на реакции образования комплекса при взаимодействии этилмеркурхлорида (ЭМХ) с дитизоном и последующем хроматографическом определении его в виде дитизоната в тонком слое сорбента.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр в этиловый спирт.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы – 0,25 мкг.

Предел измерения в воздухе – 0,0025 мг/м^3 (при отборе 50 л).

Диапазон измеряемых концентраций – 0,0025 – 0,020 мг/м^3.

Определению не мешают неорганические соединения ртути и другие тяжелые металлы.

Граница суммарной погрешности измерения гранозана не превышает ± 25%.

Предельно допустимая концентрация этилмеркурхлорида в воздухе – 0,005 мг/м^3.

2. Реактивы и растворы

Этилмеркурхлорид.

Стандартный раствор ЭМХ, содержащий 1 мг/мл ртути. Готовят растворением 0,132 г ЭМХ в этиловом спирте в мерной колбе, емкостью 100 мл.

Дитизон, ГОСТ 10128-79.

Основной раствор дитизона. В делительной воронке растворяют в хлороформе (50 мл) 50 мг дитизона, прибавляют 200 мл дистиллированной воды и 5-10 мл аммиака. Смесь энергично встряхивают в течение 4 минут. После четкого разделения фаз хлороформный слой отбрасывают, водную фазу промывают 20 мл хлороформа, последний удаляют. Трубку делительной воронки высушивают фильтровальной бумагой, прибавляют в воронку 200 мл хлороформа и разбавленную (1:1) соляную кислоту до отчетливо кислой реакции. Смесь встряхивают до тех пор, пока дитизон не перейдет в хлороформ (слой хлороформа при этом окрашивается в темно-зеленый цвет, водная фаза обесцвечивается). Хлороформный раствор отделяют в другую делительную воронку и промывают водой трижды порциями по 50 мл. Затем трубку воронки высушивают фильтровальной бумагой, раствор дитизона в хлороформе сливают в темную склянку. Хранят его в темноте на холоду. Раствор устойчив в течение месяца.

Рабочий раствор дитизона (А). К одному объему основного раствора дитизона прибавляют 49 объемов хлороформа. Используют свежеприготовленный раствор.

Рабочий раствор дитизона (Б). К одному объему основного раствора дитизона прибавляют 4 объема хлороформа. Используют свежеприготовленный раствор.

Раствор дитизоната ЭМХ.

В делительную воронку емкостью 50 мл помещают 10 мл рабочего раствора дитизона (Б), затем вносят 0,05 мл стандарт-

ного раствора ЭДТА и энергично перемешивают содержимое воронки. Далее прибавляют 25 мл 5% раствора аммиака и снова энергично встряхивают до получения прозрачного оранжево-красного нижнего слоя. Трубку делительной воронки высушивают фильтровальной бумагой. Хлороформный раствор дитизоната ЭДТА (нижний слой) фильтруют через небольшой слой обезжиренной ваты в трубке воронки переносят в темную склянку. 1 мл этого раствора содержит 5 мкг ртути. Хранят раствор в темноте на холоду. Раствор устойчив в течение 5-7 дней.

Гексан нормальный, ТУ 6-09-3375-78.

Спирт этиловый, ректификат, ГОСТ 5962-67.

Аммиак водный, ГОСТ 3760-64, 5% раствор.

Хлороформ, ГОСТ 215-74.

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77.

Ацетон, ГОСТ 2603-71.

Силикагель КСК. Товарный силикагель измельчают, просеивают через сито 100 меш. Хранят без доступа влаги.

Кальций сернокислый 2-водный, ГОСТ 3210-77, высушенный в сушильном шкафу при температуре 160°С в течение 6 часов. Хранят без доступа влаги.

3. Приборы и посуда

Аспирационное устройство.

Фильтродержатели.

Поглотительные сосуды Рихтера, ТУ 25-11-1081-75 (модель 10 Р).

Воронки делительные, ГОСТ 10054-75, емкостью 50 и 500 мл.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 100 мл.

Цилиндры мерные, ГОСТ 1770-74, емкостью 10, 50 мл.

Ротационный испаритель с набором колб.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, емкостью 1, 2, 5 и 10 мл.

Микропипетки, ГОСТ 1770-74, емкостью 0,1 и 0,2 мл.

Ступка с пестиком, емкостью 100 мл.

Камера хроматографическая (диаметр 9,5 см, высота 16 см).

Эксикатор для хранения хроматографических пластинок.

Пластинки стеклянные размером 9х12 см.

Насос вакуумный или водоструйный.

Баня водяная.

Хроматографические пластинки "Silufol" или приготовленные в лаборатории. 14 г силикагеля смешивают в ступке с 1 г сернокислого кальция и суспендируют смесь в ступке в 40 мл дистиллированной воды. Полученную суспензию равномерно наносят на 7-8 тщательно вымытых стеклянных пластинок. Сушат пластинки при комнатной температуре в течение 17-18 часов, хранят в эксикаторе над слоем осушителя.

Фильтры АФА-ХА-20.

Беззольные фильтры (синяя лента).

4. Проведение измерения.

Условия отбора проб воздуха.

Воздух аспирируют со скоростью 2л/мин через фильтр АФА-ХА-18 или бумажный беззольный фильтр и 3 поглотительных сосуда, содержащих по 20 мл этилового спирта. Во время отбора проб поглотительные приборы необходимо охлаждать погружением в ледяную воду.

Для определения 1/2 ПДК гранозана необходимо отобрать 30 л воздуха в течение 25 мин.

Условия анализа

Фильтр помещают в стакан, заливают 10-15 мл этилового спирта. Через 15-20 мин экстракт сливают, фильтр промывают несколько раз небольшими порциями спирта и тщательно отжимают стеклянной палочкой. Промывную жидкость объединяют с

экстрактом и переносят в колбу для отгонки растворителя, куда помещают также и растворы из поглотительных сосудов. Спирт отгоняют на ротационном испарителе при температуре 40°С до объема 0,5-1,0 мл. Остаток растворителя удаляют осторожным продуванием воздуха. К сухому остатку в колбе прибавляют 10 мл рабочего раствора дитизона (А), перемешивают в течение 2-3 мин и переносят в делительную воронку. Стенки колбы дважды смывают тем же раствором дитизона порциями по 0,5 мл и переносят промывную жидкость в ту же делительную воронку. Затем в воронку прибавляют 15 мл 5% раствора аммиака и энергично встряхивают 2-3 минуты. После четкого разделения фаз хлороформный слой (нижний) помещают в фарфоровую чашку емкостью 50 мл и в затемненном месте на воздухе испаряют хлороформ до объема 0,2 мл. Полученный остаток количественно микропипеткой наносят на пластинку (операцию нанесения повторяют 4-5 раз). Рядом с пробой на пластинку наносят 0,05, 0,10, 0,20 мл стандартного раствора дитизоната ЭМХ, что соответствует 0,25, 0,50 и 1,0 мкг ртути. Пластинку помещают в хроматографическую камеру, куда за 5-10 минут до хроматографирования наливают смесь растворителей н-гексан - ацетон (4:1). После подъема фронта растворителя на высоту 10 см от линии старта хроматографирование прекращают. О наличии гранозана в пробе свидетельствует появление на хроматограмме желтого пятна дитизоната ЭМХ, R_f 0,58-0,62.

Количество препарата определяют по площади пятна. Для этого вычисляют площадь пятна препарата пробы и площадь пятна стандарта, близкого по интенсивности окраски к пятну препарата пробы. Площадь пятен вычисляют аналогично площади прямоугольника, используя в качестве сомножителей размеры пятна в вертикальной и горизонтальной оси.

Концентрацию гранозана в мг/м³ воздуха (X) вычисляют по формуле:

$$X = \frac{A \cdot a_1 \cdot b_2 \cdot 1{,}32}{a_2 \cdot b_1 \cdot V_{20}}$$, где

A – количество ртути в пятне стандарта, близкого по окраске к пятну пробы, мкг;

a_1 – размер пятна стандарта по вертикальной оси, мм;

b_1 – размер пятна стандарта по горизонтальной оси, мм;

a_2 – размер пятна пробы по вертикальной оси, мм;

b_2 – размер пятна пробы по горизонтальной оси, мм;

V_{20} – объем воздуха, л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям по формуле (см. приложение I);

1,32 – коэффициент пересчета содержания ртути на гранозан.

Приложение I.

Формула приведения объема воздуха к стандартным условиям

Согласно требованиям ГОСТ"а I2.I.005-76 объем отобранного воздуха приводят к стандартным условиям - температуре 20°С и барометрическому давлению I0I,33 кПа /760 мм рт.ст./ по формуле:

$$V_{20} = \frac{V_t \cdot (273 + 20) \cdot P}{(273 + t) \cdot 101{,}33}$$, где

V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

P - барометрическое давление, кПа;

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Для упрощения расчетов пользуются коэффициентами К /приложение 2/, вычисленными для температур в пределах от минус 30 до плюс 30°С и давлений от 97,33 до I0I,86 кПа /730-764 мм рт.ст./.

Приложение 2

Коэффициенты К для приведения объема воздуха к стандартным условиям.

°C	Давление Р, кПа/мм.рт.ст.									
	97,33/730	97,86/734	98,4/738	98,93/742	99,46/746	100/750	100,53/754	101,06/758	101,33/760	101,86/764
-30	1,1582	1,1646	1,1709	1,1772	1,1836	1,1899	1,1963	1,2026	1,2058	1,2122
-26	1,1393	1,1456	1,1519	1,1581	1,1644	1,1705	1,1768	1,1831	1,1862	1,1925
-22	1,1212	1,1274	1,1336	1,1396	1,1458	1,1519	1,1581	1,1643	1,1673	1,1735
-18	1,1036	1,1097	1,1158	1,1218	1,1278	1,1338	1,1399	1,1460	1,1490	1,1551
-14	1,0866	1,0926	1,0986	1,1045	1,1105	1,1164	1,1224	1,1284	1,1313	1,1373
-10	1,0701	1,0760	1,0819	1,0877	1,0936	1,0994	1,1053	1,1112	1,1141	1,1200
-6	1,0540	1,0599	1,0657	1,0714	1,0772	1,0829	1,0887	1,0945	1,0974	1,1032
-2	1,0385	1,0442	1,0499	1,0556	1,0613	1,0669	1,0726	1,0784	1,0812	1,0869
0	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+2	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+6	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0476	1,0502	1,0557
+10	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+14	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+18	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+20	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+22	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+24	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+26	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9391	0,9440	0,9492	0,9542	0,9594	0,9645	0,9670	0,9723
+34	0,9167	0,9218	0,9268	0,9318	0,9368	0,9418	0,9468	0,9519	0,9544	0,9595
+38	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 9

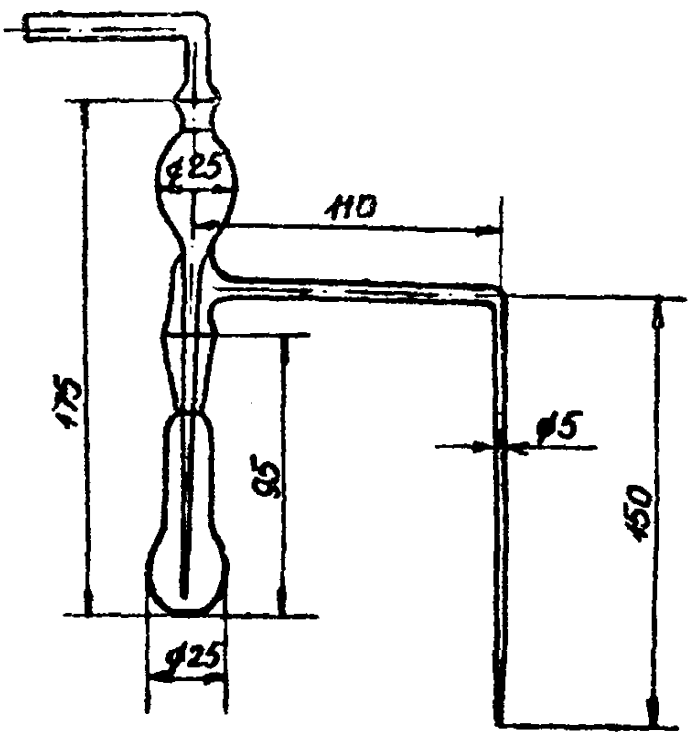

Рис. I Прибор для сожжения хлорорганических ядохимикатов

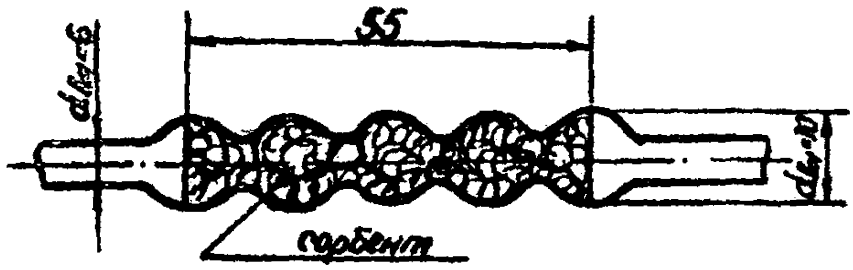

Рис. 2 Гофрированная стеклянная трубка

Рис. 3 Очистительная система. 1-склянка Тищенко,
2- поглотитель с натронной известью.

Приложение 4.

Список институтов, редставивших новые методики в данный сборник

Наименование методики	Наименование института
1	2
Фотометрическое определение акрилонитрила	Горьковский институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение акриловой и метакриловой кислот	" - "
Фотометрическое определение аллилового спирта	" - "
Фотометрическое определение хлористого метила и хлористого этила	" - "
Фотометрическое определение 3,4-дихлорпропионанилида	" - "
Фотометрическое определение толуилендиамина	" - "
Спектрофотометрическое определение карбазола	Свердловский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение кротонового альдегида	Штаб военизированных горноспасательных частей Урала /г. Свердловск/
Фотометрическое определение 1- и 2-метилнафталинов	Донецкий институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение аценафтена	" - "
Фотометрическое определение коллидина	" - "
Газохроматографическое определение метилнафталина и нафталина	Ангарский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение хлорной ртути /сулемы/	" - "

1	2
Определение хлорной ртути методом атомно-абсорбционного анализа	Ангарский институт гигиены труда и профзаболеваний
Газохроматографическое определение нафталина	Белорусский санитарно-гигиенический институт
Определение ртутьорганических ядохимикатов	Киевский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение эфирсульфоната	" - "
Хроматографическое определение этилмеркурхлорида	ВНИИГИНТОКС
Фотометрическое определение этилмеркаптана	Ленинградский институт гигиены труда и профзаболеваний
Фотометрическое определение дихлорэтана	Новосибирский санитарный институт
Фотометрическое определение окиси мезитила	" - "

gost.e-ecolog.ru