Министерство здравоохранения СССР

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/I

Москва - 1988

gost.e-ecolog.ru

Министерство здравоохранения СССР

# М Е Т О Д И Ч Е С К И Е  У К А З А Н И Я
# ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/I

Москва - 1988

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и санитарных лабораторий на промышленных предприятиях 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 разрабатываются и утверждаются с целью обеспечения 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 индивидуально защиты органов дыхания, оценки влияния вредных веществ на состояние здоровья работающих и др.

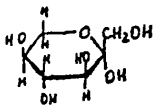
Включенные в данный выпуск методические указания подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ I2.I.005-76 "ССБТ.Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования" и ГОСТ I2.I.0I6-79 "ССБТ.Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ" и одобрены Проблемной 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, В.Г.Овечкин.

Настоящие методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.

УТВЕРЖДАЮ
Заместитель Главного
государственного
санитарного врача СССР
А.И.Заиченко
"11" декабря 1987 г.
№ 4458-87

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ L-Сорбозы В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м. 180,16

L- сорбоза - твёрдое вещество, т.пл. 159-161°С, хорошо растворимо в воде, плохо в этиловом спирте, нерастворимо в эфире, удельное вращение водного раствора $[\alpha]_D^{20}$ равно 43°, не обладает мутаротацией. В кристаллической форме L-сорбоза имеет пиранозную структуру.

В воздухе L-сорбоза находится в виде аэрозоля, относится к малотоксичным веществам.

ПДК 10 мг/м³.

## Характеристика метода

Метод основан на деструкции L-сорбозы до 5-оксиметилфурфурола при нагревании в среде разбавленной минеральной кислоты, экстракции полученного продукта толуолом и измерении его массы с помощью хроматографа с детектором по захвату электронов.

Отбор проб воздуха с концентрированием на фильтр АФА-ВП-10.

Нижний предел измерения L-сорбозы 0,01 мкг в анализируемом объёме пробы.

Нижний предел измерения L-сорбозы в воздухе 5 мг/м$^3$ ( при отборе 10 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций от 5 до 125 мг/м$^3$.

Определению не мешают витамин С, пентозы, мешают определению гексозы.

Суммарная погрешность не превышает ± 25%.

Время выполнения анализа 35 мин, включая отбор пробы.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф "Газохром 1106-3" с детектором по захвату электронов или прибор другой марки с аналогичным детектором.

Хроматографическая колонка из стекла ( 2 м х 3 мм).

Аспирационное устройство.

Фильтродержатель ТУ 95.72.05-77.

Колбы мерные ГОСТ 1770-74, вместимостью 25 мл.

Колбы конические, плоскодонные, с пришлифованными стеклянными пробками, с диаметром дна 37-45 мм и вместимостью 40-55 мл.

Стеклянная посуда на шлифах для перегонки растворителя.

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

Боксы ГОСТ 7148-70.

Микрошприц МШ-10, ГОСТ 8043-74.

Секундомер ГОСТ 5072-79.

Линейка измерительная ГОСТ 427-75.

Пробирки со стеклянными пришлифованными пробками вместимостью около 10 мл и диаметром менее 10 мм.

Реактивы, растворы и материалы.

Соляная кислота, ГОСТ 3118-77, чда или хч, уд. вес 1,19.

Натрия хлористый, ГОСТ 4233-77, чда или хч.

Калия гидрооксид (кали едкое), ГОСТ 4203-65, чда или хч.

Толуол, ГОСТ 5789-78, чда. Перед проведением анализа толуол очищают следующим образом: к I л толуола добавляют 70 г едкого калия, кипятят с обратным холодильником 4 ч и затем перегоняют. Очищенный толуол хранится в холодильнике I месяц, а потом снова его очищают от примесей.

Спирт этиловый, ректификованный, ГОСТ 5963-67,

Насадка для хроматографической колонки - хроматон N-AW DMCS с 15% апиезона L (размеры частиц 0,25-0,315 мм), ЧССР, фирма "Хемапол".

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

Фильтр АФА-ВП-10.

L-сорбоза, чистота не менее 95%.

В мерной колбе вместимостью 25 мл растворяют 12,5 мг L-сорбозы в 25 мл дистиллированной воды. Получают раствор с концентрацией L-сорбозы 0,5 мг/мл. Аликвотную часть раствора, равную 3 мл переносят в сухую плоскодонную коническую колбу с пришлифованной стеклянной пробкой, в которую предварительно помещают примерно 0,8 г хлористого натрия. Содержимое колбы перемешивают, добавляют в нее 3 мл концентрированной соляной кислоты, 3 мл очищенного толуола, снова перемешивают и нагревают 10 мин на предварительно нагретой до 95-100°С песчаной бане. Коническую колбу погружают в песок на глубину примерно 3-4 мм. Через 10 мин содержимое колбы охлаждают в бане с холодной водой и переносят верхний, толуольный слой в узкую пробирку с пришлифованной стеклянной пробкой, вместимостью 5-10 мл. В 1 мл толуольного раствора ( стандартный раствор № I) концентрация продукта деструкции соответствует 0,5 мг/мл L-сорбозы.

Разбавлением очищенным толуолом стандартного раствора № I готовят градуировочные растворы. Раствор с концентрацией вещества 0,25 мг/мл готовят добавлением I мл толуола к I мл стандартного раствора № I;

0,I мг/мл – добавлением 2 мл толуола к 0,5 мл стандартного р-ра № I; 0,05 мг/мл ( стандартный раствор № 2) – добавлением 4,5 мл толуола к 0,5 мл стандартного раствора № I; 0,025 мг/мл – добавлением I мл толуола к I мл стандартного раствора № 2; 0,0I мг/мл – добавлением 4 мл толуола к I мл стандартного раствора № 2.

Водный раствор L-сорбозы в холодильнике хранится 2 недели, а толуольные растворы продукта деструкции – сутки.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объёмной скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-IO, закреплённый в фильтродержателе.

Для измерения 0,5 ПДК следует отобрать IO л воздуха. Пробы, отобранные на фильтр, можно хранить в сухом месте несколько месяцев.

Проведение измерения

Фильтр из фильтродержателя при помощи пинцета и стеклянной палочки помещают в бокс, обрабатывают 0,I–0,2 мл этилового спирта, приливают 5 мл дистиллированной воды и выдерживают IO мин, периодически встряхивая. Затем 3 мл раствора L-сорбозы переносят в сухую плоскодонную коническую колбу с притёртой стеклянной пробкой, в которую предварительно насыпают 0,8 г хлористого натрия, туда же добавляют 3 мл концентрированной соляной кислоты, 3 мл очищенного толуола, перемешивают, закрывают пробкой и нагревают на песчаной бане так же, как и при приготовлении стандартного раствора № I. Через IO мин содержимое колбы охлаждают и верхний, толуольный слой, куда переходит продукт деструкции L-сорбозы – 5-оксиметилфурфурол, переносят узкую пробирку с притёртой стеклянной пробкой. I мкл этого раствора вводят через самоуплотняющуюся мембрану в испаритель хроматографа, измеряют на полученной хроматограмме высоту пика вещества и по градуировочному графику находят соответствующую массу L-сорбозы в анализируемом объеме пробы.

Условия хроматографирования стандартных растворов и анализируемых проб

Температура термостата колонки 150°С.

Температура термостата испарителя 135°С.

Температура термостата детектора 280°С.

Скорость потока газа-носителя азота

через детектор 60 мл/мин

через колонку 30 мл/мин

Скорость протяжки диаграммной ленты 200 мм/ч.

Объём вводимой пробы I мкл.

Время удерживания вещества 4 мин I7 с

Предел измерения на блоке ИИТ-05 50 х $10^{-12}$А.

Для построения градуировочной кривой используют растворы продукта деструкции L-сорбозы в толуоле, соответствующие концентрации L-сорбозы 0,0I, 0,025, 0,05, 0,I, 0,25 мг/мл. Из каждого градуировочного раствора в испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану вводят по I мкл (не менее 5 раз), на полученных хроматограммах измеряют высоту пика вещества, элюирующегося с колонки через 4 мин I7 с после ввода в испаритель. Затем строят градуировочную кривую, откладывая на оси абсцисс введённые в хроматограф количества вещества, равные 0,0I, 0,025, 0,05, 0,I и 0,25 мкг, а по оси ординат - соответствующие им высоты пиков.

Расчёт концентрации

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

$$C = \frac{a \times b}{б \times Г}$$

а - количество вещества, найденное по градуировочному графику, мкг;

в - общий объём раствора пробы, мл;

- объем раствора, взятый для анализа, мл ;
- объём воздуха в л, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям ( см. приложение I).

ПРИЛОЖЕНИЕ 1

Справочное

Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79 (температура 20°С, давление 760 мм рт.ст.) проводят по следующей формуле:

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

$V_t$ - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

$P$ - барометрическое давление, кПа (101,33 кПа = 760 мм рт.ст.);

$t^\circ$ - температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Для удобства расчета $V$ следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к температуре 20°С и к давлению 760 мм рт.ст. надо умножить $V_t$ на соответствующий коэффициент.

ПРИЛОЖЕНИЕ 2

Справочное

Коэффициент К для приведения объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79

| °С | 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 | 1,1159 | 1,1218 | 1,1278 | 1,1338 | 1,1399 | 1,1400 | 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 | 1,0986 | 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 | 1,0475 | 1,0502 | 1,0557 |
| +10 | 0,9944 | 0,999 | 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 | 0,9880 | 0,9884 | 0,9936 | 0,9989 | 1,0043 | 1,0069 | 1,0122 |
| +20 | 0,9605 | 0,9658 | 0,9711 | 0,9783 | 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 | 0,9655 | 0,9605 | 0,9657 | 0,9708 | 0,9734 | 0,9786 |
| +30 | 0,9288 | 0,9339 | 0,9391 | 0,9440 | 0,9432 | 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 | 0,248 | 0,9297 | 0,9347 | 0,9397 | 0,9421 | 0,9471 |

Приложение 3

# П Е Р Е Ч Е Н Ь

учреждений, представивших "Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе"

| № п/п | Наименование вещества | Учреждения, представившие Методические указания |
|---|---|---|
| I | 2 | 3 |
| I | аценафтен | НИОПИК, Донецкий мединститут |
| 2 | 3,3-диметилбутанон-2 (пинаколин) | НИИ химии АН УзССР |
| 3 | дисульфан | НИИ лексредств |
| 4 | I,I-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2 | НИИ химии АН УзССР |
| 5 | изобутиронитрил | Волгоградская обл.СЭС |
| 6 | 3-изоцианотолуол | Горьковский НИИ ГТиПЗ |
| 7 | красители активные хлортриазиновые | НИОПИК |
| 8 | красители винилсульфоновые | НИОПИК |
| 9 | красители дисперсные антрахиноновые | НИОПИК |
| I0 | красители триарилметановые | НИОПИК |
| II | красители фталоцианиновые | НИОПИК |
| I2 | крезидин | НИОПИК |
| I3 | натрия гидрокарбонат | Донецкий НИИ ГТиПЗ |
| I4 | натрий монохлоруксусный | Уфимский НИИ ГТиПЗ |
| I5 | натриевая соль полифталоцианина кобальта | Уфимский НИИ ГТиПЗ |
| I6 | рибофлавин | НИИ лексредств |
| I7 | *L* -сорбоза | НИИ ГТиПЗ АМН СССР |
| I8 | сульфазин, сульфадиазин серебра, уросульфан | НИИ лексредств |
| I9 | сульфантрол | НИИ лексредств |
| 20 | I,2,4-триазол | НИИ химии АН УзССР |
| 2I | триэтилфосфат | Львовский мединститут |

| I | 2 | 3 |
|---|---|---|
| 22 | I-хлор-3,3-диметилбутанон-2 | НИИ химии АН УзССР |
| 23 | I,4-хлорфенокси-(3,3-диметилбутанон-2) | НИИ химии АН УзССР |
| 24 | I-хлор(4-хлорфенокси)-3,3-диметил-бутанон-2 | НИИ химии АН УзССР |
| 25 | цианамид кальция | Армянский НИИ ГТиПЗ |

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным и опубликованным Методическим указаниям

| Наименование веществ | Методические указания |
|---|---|
| I,I,5-тригидроперфторамилакрилат | МУ на фотометрическое определение фторорганических соединений в воздухе, М., 1981, с. 187 (переизданный сборник МУ, вып. I-5) коэффициент пересчета с фтора I,88 |
| I,I-дигидроперфторамилакрилат | коэффициент пересчета с фтора I,78 |
| I,I,7-тригидроперфторгептилакрилат | коэффициент пересчета с фтора I,69 |
| I,I-дигидроперфторгептилакрилат | коэффициент пересчета с фтора I,64 |

Указатель определяемых веществ

Аспнафтен 3
Гидрокарбонат натрия 7
3,3-диметилбутанон-2 12
6,7-диметил-9-(Д-1-рибитил)изоаллоксазин (рибофлавин) 18
Дисульфан 22
1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2(дихлорфеноксипинаколин)26
Изобутиронитрил 31
3-изоцианотолуол (м-толилизоцианат) 35
Красители: активные винилсульфоновые 48
активный красно-фиолетовый 2КТ 44
активные хлортиазиновые 65
дисперсные антрахиноновые 40
дисперсный прочный желтый 2К 44
основные триарилметановые 54
фталоцианиновые 60
Крезидин 70
Монохлоруксусный натрий 76
Натриевая соль полифталоцианина кобальта 81
L-сорбоза 86
Сульфадиазин серебра 92
Сульфазин 92
Сульфантрол 97
1,2,4-триазол 101
Триэтилфосфат 110
Уросульфан 92
1-хлор-3,3-диметилбутанон-2 115
1-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2 120
1-хлор-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2 120
Цианамид кальция 126

# С О Д Е Р Ж А Н И Е

стр.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аценафтена в воздухе рабочей зоны. . . . .3
2. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций гидрокарбоната натрия в воздухе рабочей зоны. . . . . .7
3. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны. . . . . .12
4. Методические указания по флуориметрическому измерению концентрации 6,7-диметил-9-(Д-I-рибитил)изоаллоксазина (рибофлавина) в воздухе рабочей зоны . . . . . .18
5. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций дисульфана в воздухе рабочей зоны. 22
6. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций I,I-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2(дихлорфеноксипинаколина) в воздухе рабочей зоны.26
7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изобутиронитрила в воздухе рабочей зоны. 31
8. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3-изоцианотолуола (м-толилизоцианата) в воздухе рабочей зоны . . . . . 35
9. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций дисперсных антрахиноновых красителей в воздухе рабочей зоны. . . . . 40

10. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций красителей активного красно-фиолетового 2КТ и дисперсного прочного желтого 2К при совместном присутствии в воздухе рабочей зоны . . . . . 44
11. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций винилсульфоновых активных красителей: бордо 4 СТ, желтого 2 КТ, алого 4 КТ, желтого светопрочного 2 КТ, красно-фиолетового 2 КТ, красно-коричневого 2 КТ в воздухе рабочей зоны . . . . . 48
12. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций основных триарилметановых красителей (основного фиолетового К, основного синего К, основного ярко-зеленого сульфата, основного ярко-зеленого оксалата) в воздухе рабочей зоны . . . . . 54
13. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций водорастворимых фталоцианиновых красителей в воздухе рабочей зоны . . . . . 60
14. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций активных хлортриазиновых красителей в воздухе рабочей зоны . . . . . 65
15. Методические указания по газохроматографическому измерению концентрации крезидина в воздухе рабочей зоны. . . . . 70
16. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации монохлоруксусного натрия в воздухе рабочей зоны. 76
17. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций натриевой соли полифталоцианина кобальта в воздухе рабочей зоны . . . . . 81

18. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций L-сорбозы в воздухе рабочей зоны . . . . . 86
19. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций сульфазина, сульфадиазина серебра, уросульфана в воздухе рабочей зоны . . . . . 92
20. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций сульфантрола в воздухе рабочей зоны. . . . . 97
21. Методические указания по газохроматографическому и хроматографическому измерению концентраций 1,2,4-триазола в воздухе рабочей зоны . . . . . .101
22. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций триэтилфосфата в воздухе рабочей зоны . . . . .110
23. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-хлор-3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны . . . . . .115
24. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2 и 1-хлор-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны.120
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации цианамида кальция в воздухе рабочей зоны . . . . .126
Приложение 1 . . . . . .131
Приложение 2 . . . . . .132
Приложение 3 . . . . . .133
Приложение 4 . . . . . .135
Указатель определяемых веществ . . . . . .136

gost.e-ecolog.ru

т.-47854 от. 23.04.82 п. л. 2,75 Зак. №1562 Тир 100
Типография Министерства здравоохранения СССР