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.

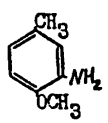
Включенные в данный выпуск методические указания подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ I2.I.005-76 "ССБТ.Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования" и ГОСТ I2.I.0I6-79 "ССБТ.Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ" и одобрены Проблемной 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
Зам. Главного государственного
санитарного врача СССР
_____ А.И.Заиченко
"11" декабря 1987 г.
№ 4455-87

М Е Т О Д И Ч Е С К И Е У К А З А Н И Я
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ КРЕЗИДИНА (1-МЕТИЛ-3-АМИНО-4-МЕТОКСИБЕНЗОЛА) В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



$C_8H_{11}ON$
М.м. 137,18

1-метил-3-амино-4-метоксибензол (крезидин) - кристаллический порошок белого цвета. Растворимость в воде 2,258/100 г при 18°С, растворяется в спирте, эфире, бензоле. Температура плавления 51,5 температура кипения 235°С, легко возгоняется. Летучесть-0,582 мг/л.

В воздухе присутствует в виде паров и аэрозоля .

Крезидин (1-метил-3-амино-4-метоксибензол) обладает слабым раздражающим действием на кожу, способен проникать через неповрежденную кожу.

Предельно допустимая концентрация крезидина - 2 мг/м^3.

ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением пламенно-ионизационного детектора.

Отбор проб с концентрированием на фильтре.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме пробы 0,005 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе I мг/м^3 (при отборе 7,5 л воздуха).

Диапазон измеряемых в воздухе концентраций от I до 20 мг/м^3.

Измерению не мешают исходные и побочные продукты синтеза I-метил-3-амино-4-метоксибензола.

Суммарная погрешность не превышает ± I2,4%.

Время выполнения измерения (включая отбор проб) около 30 мин.

ПРИБОРЫ, АППАРАТУРА, ПОСУДА

Хроматограф газовый с детектором ионизации в пламени.

Колонки хроматографические стеклянные U-образные длиной I,2м и внутренним диаметром 3 мм.

Микрошприц МШ-IOМ.

Аспирационное устройство.

Фильтры АФА-ВП-IO, ТУ 95-743-80.

Фильтродержатели, ТУ 95-743-80.

Секундомер, ГОСТ 5072-72.

Посуда стеклянная лабораторная, ГОСТ I770-74.

Пипетки, ГОСТ 20282-74, вместимостью IO мл с ценой деления 0,Iм

Бюксы стеклянные, ГОСТ 7I82-54.

Термометры лабораторные, ГОСТ 2823-73Е, с диапазоном измерения -30 ÷ +40°С; 0 ÷ I00°С; 0 ÷ 200°С.

РЕАКТИВЫ И МАТЕРИАЛЫ

Крезидин (I-метил-3-амино-4-метоксибензол), хроматографически чистый, получен возгонкой при температуре выше 235°С ($T_{пл}$=52°С).

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

Аммиак водный, ГОСТ 9-77.

Составной растворитель - дистиллированная вода - аммиак водный (в соотношении 2:I, объемных).

Кислота серная,"хч", ГОСТ 4204-77, 20-30%-ный водный раствор (концентрация проверяется титрованием NaOH по метилоранжу).

Гидроокись калия, чда (таблетированный), ЧССР, I0%-ный водный раствор, концентрация проверяется титрованием HCI по фенолфталеину.

Азот (газ-носитель), ГОСТ 9293-74.

Водород, ГОСТ 3022-80.

Воздух сжатый для питания приборов, ГОСТ II882-73.

Насадка хроматографической колонки - хроматон N-AW-DMCS (фракция 0,I25-0,I60 мм) с 5% карбовакса - 20I, ЧССР.

Стандартный раствор с концентрацией 50,0 мкг/мл готовят взятием точной навески крезидина и растворением в составном растворителе. Стандартный раствор устойчив в течение 3 суток при хранении в темном месте при температуре 20°С.

ОТБОР ПРОБЫ ВОЗДУХА

Воздух с объемной скоростью 5 *л/мин* аспирируют через систему, состоящую из двух последовательно соединенных фильтров АФА-ВП-I0, укрепленных в фильтродержателе. Перед отбором пробы воздуха фильтры в течение 3-5 минут выдерживают в 20-30%-ной серной кислоте и затем пинцетом осторожно закрепляют в фильтродержателе.

Для определения содержания крезидина на уровне I/2 ПДК необходимо отобрать 7,5 литров воздуха.

Фильтры с отобранными пробами помещают в бюксы, в которых они могут храниться не более трех часов.

ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

На готовый сорбент - хроматон N-AW -DMCS (фракция 0,125-0,150 мм) с 5% карбовакса-20М - наносят гидроокись калия в количестве 2% от веса сорбента, следующим образом: 50 г сорбента помещают в стакан, приливают 9,3 мл десятипроцентного раствора гидроксида калия и дистиллированную воду таким образом, чтобы сорбент был полностью покрыт раствором. Воду упаривают при температуре 100°С, непрерывно помешивая содержимое стакана, а затем сушат в сушильном шкафу при температуре 120°С в течение четырех часов.

Хроматографическую колонку заполняют насадкой и, не подключая к детектору, кондиционируют в течение 24 часов, продувая газом-носителем при медленном подъеме температуры до 170°С в течение 2,5 часов.

При температуре 170°С насадку выдерживают до стабилизации нулевой линии прибора при максимальной чувствительности. Общую подготовку хроматографа проводят в соответствии с инструкцией прибора.

Градуировочные растворы с содержанием от 2,5 до 50 мкг/мл крезидина готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора составным растворителем. Градуировочные растворы готовят согласно таблице 15.

Шкала градуировочных растворов Таблица 15

Номер стандарта	Стандартный р-р, конц. 5 мкг/мл, мл	Составной растворит., мл	Концентрация, мкг/мл
1	0	10,0	0,0
2	0,5	9,5	2,5
3	1,0	9,0	5,0
4	2,0	8,0	10,0
5	5,0	5,0	25,0
6	8,0	2,0	40,0
7	10,0	0,0	50,0

Градуировочные растворы устойчивы в течение суток при хранении в темном месте при температуре 20°С.

Градуировочный раствор объемом 2 мкл вводят через самоуплотняющуюся мембрану в хроматограф. Строят градуировочный график зависимости площади хроматографического пика ($мм^2$) от количества компонента (мкг). Построение градуировочной кривой необходимо проводить не менее чем по шести точкам, проводя шесть параллельных измерений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб

Температура термостата колонок	145°С
Температура детектора	170°С
Температура испарителя	200°С
Скорость потока газа-носителя (азот)	34 мл/мин
Скорость потока водорода	30 мл/мин
Скорость потока воздуха	300 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	900 мм/час
Объем вводимой пробы	2 мкл
Время удерживания крезидина	2 мин 15 сек.

ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

В боксы с отобранными пробами приливают 2 мл дистиллированной воды и 1 мл водного аммиака. Содержимое бокса оставляют на 10–15 мин., периодически помешивая стеклянной палочкой. Степень извлечения крезидина – 99,4%. Пробу полученного раствора объемом 2 мкл вводят в испаритель хроматографа, записывают хроматограмму, вычисляют площадь пика и по градуировочному графику находят количество определяемого крезидина.

РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ

Концентрацию 1-метил-3-амино-4-метоксибензола (крезидина) вычисляют по формуле (С, мг/м^3):

$$C = \frac{a \cdot в}{б \cdot V},$$

где: а – количество крезидина в анализируемом объеме поглотительного раствора, найденное по калибровочному графику, мкг;

в – общий объем поглотительного раствора, мл;

б – объем поглотительного раствора, отобранного для анализа, мл;

V – объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям (см. Приложение 1).

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° - 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