

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/1

Москва - 1988

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/1

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 индивидуальной 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 12.1.005-76 "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,
В.Г. Овечкин.

Настоящие методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.



СВЕРУДАД

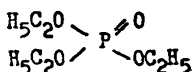
Заместитель Главного государственного санитарного врача СССР

А.И. Заиченко
А.И. Заиченко

" 17 декабря 1987 г.

№4462-87

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИИ
ТРИЭТИЛФОСФАТА В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



И.м. 182,0

Триэтилфосфат – бесцветная жидкость, $T_{\text{кип.}} 216^\circ\text{C}$, показатель преломления 1,406, плотность 1,06 при 20°C , растворим в воде, спирте, ацетоне и др. органических растворителях.

Триэтилфосфат малотоксичен.

В воздухе находится в виде паров.

ОБУВ – 3 мг/м³.

ХАРАКТЕРИСТИКА МЕТОДА

Определение основано на использовании газожидкостной хроматографии с использованием термоионного детектора. Отбор проб с концентрированием.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме 0,01 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе (при отборе 7 л воздуха) 1,4 мг/м³.

Суммарная погрешность не превышает $\pm 25\%$.

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 1,4 до 50 мг/м³.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, 40 мин.

ПРИБОРЫ, АППАРАТУРА, ПОСУДА

Хроматограф "Цвет-100" с термоионным детектором.

Стекло́нная колонка длиной 2 м, диаметром 3 мм.

Аспирационное устройство.

Секундомер, ГОСТ 5072-67.

Поглотители с пористой пластинкой.

Пипетки, ГОСТ 20292-74, вместимостью 5 мл.

Линейка измерительная.

РЕАКТИВЫ, РАСТВОРЫ, МАТЕРИАЛЫ

Толуол, ГОСТ 5798-78.

Триэтилфосфат, хч. ТУ 6-09-87-75.

Твердый носитель хроматон *N-AW-DIC₂*, фракция 0,16-0,20 мм.

Жидкая фаза СКТФВ-803.

Газообразный гелий, ТУ 51-346-80 или азот, ГОСТ 9293-74 в баллоне с редуктором.

Газообразный водород, ГОСТ 3022-80 в баллоне с редуктором.

Воздух, ГОСТ 11882-73 в баллоне с редуктором.

Стандартный раствор триэтилфосфата в толуоле с концентрацией 1000 мкг/мл (раствор № 1), 20 мкг/мл (раствор № 2), 10 мкг/мл (раствор № 3), 5 мкг/мл (раствор № 4), 2 мкг/мл (раствор № 5).

Стандартный раствор № 1 с концентрацией 1000 мкг/мл готовят взятием точной навески (0,1 г) и растворением триэтилфосфата в толуоле в мерной колбе на 100 мл. Для приготовления стандартного

раствора № 2 в мерную колбу емкостью 100 мл пипеткой переносят 2 мл раствора № 1 и доводят до метки толуолом. Для приготовления стандартных растворов № 3, № 4 и № 5 из раствора № 2 в мерные колбы емкостью 100 мл пипеткой переносят 50, 25 и 10 мл соответственно и доводят до метки толуолом.

Стандартные растворы стабильны при хранении в холодильнике в течение двух недель.

ОТБОР ПРОБ ВОЗДУХА

Воздух со скоростью 1 л/мин аспирируют через поглотительный прибор с пористой пластинкой, заполненный 5 мл толуола, при охлаждении смесью "лед+поваренная соль". Для определения 1/2 ОБУВ следует отобрать 7л воздуха.

Срок хранения 2 недели в холодильнике.

ПОДГОТОВКА К ИЗМЕРЕНИЮ

Хроматон *N-AW-DIC* заливают раствором СКТФВ-803 в хлороформе (из расчета 8% неподвижной фазы от веса носителя, для растворения СКТФВ-803 необходимо время для его набухания и подогрев).

Удаляют растворитель выпариванием в вытяжном шкафу при перешивании стеклянной палочкой. Сушат наполнитель в сушильном шкафу при 100°C в течение 2 часов и заполняют стеклянную колонку (2м x 3 мм), в вакуумс родоструйного насоса. Кондиционирование колонки производят при температуре в термостате 180°C в течение 24 часов без подсоединения колонки к детектору. Обдув подготовку прибора проводят согласно инструкции.

ПРОВЕДЕНИЕ ИЗМЕРЕНИЯ

Содержание поглотительных сосудов переносят в пробирку и через самоуплотняющуюся мембрану вводят в испаритель хроматографа 5 мкл раствора. При этом скорость ввода пробы и ширица должны быть одинаковы для проб и стандартных растворов.

Условия хроматографирования градуировочных смесей
и анализируемых проб

Колонка	2 м x 3 мм.
Насадка	- хроматон АAW-ДСБ с 8% СКТАВ-803
Температура термостата	120°C
Температура испарителя	200°C
Скорость потока газа-носителя	20 мл/мин
Скорость потока водорода	25 мл/мин
Скорость потока воздуха	160 мл/мин
Скорость движения диаграммной ленты	200 мл/час
Объем вводимой пробы	5 мкл.
Время удерживания ТЭФ	8 мин. 10 сек.

Количественное определение содержания триэтилфосфата в хроматографируемой пробе проводят методом соотношения со стандартом путем сравнения высоты пика пробы с высотой пика стандартного раствора.

РАСЧЕТ КОНЦЕНТРАЦИИ

Концентрации ТЭФ в воздухе (С) в мг/м³ вычисляют по формуле

$$C = \frac{a \cdot h_{пр} \cdot E}{h_{ст} \cdot V \cdot \delta}, \text{ где}$$

a - содержание триэтилфосфата в стандарте, мг;

$h_{ст}^f$ - высота пика ТЭД из стандартного раствора, мм;

v - общий объем раствора, мл;

$h_{пр}^f$ - высота пика ТЭФ рабочей пробы, мм;

b - объем положительного раствора, взятый для анализа, мл;

V - объем воздуха, отобранный для анализа, л, приведенный к стандартным условиям.

ПРИЛОЖЕНИЕ I

Справочное

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

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

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°C 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

°C	Давление P, 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	1,0936	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
+2	1,0309	1,0366	1,0423	1,0477	1,0535	1,0591	1,0648	1,0705	1,0733	1,0789
+6	1,0234	1,0291	1,0347	1,0402	1,0459	1,0514	1,0571	1,0627	1,0655	1,0712
+10	1,0087	1,0143	1,0198	1,0253	1,0309	1,0363	1,0419	1,0475	1,0502	1,0557
+14	0,9944	0,9999	1,0054	1,0108	1,0162	1,0216	1,0272	1,0326	1,0353	1,0407
+18	0,9806	0,9860	0,9914	0,9967	1,0027	1,0074	1,0128	1,0183	1,0209	1,0263
+20	0,9671	0,9725	0,9778	0,9830	0,9884	0,9936	0,9989	1,0043	1,0069	1,0122
+22	0,9605	0,9658	0,9711	0,9763	0,9816	0,9868	0,9921	0,9974	1,0000	1,0053
+24	0,9539	0,9592	0,9645	0,9696	0,9749	0,9800	0,9853	0,9906	0,9932	0,9985
+26	0,9475	0,9527	0,9579	0,9631	0,9683	0,9735	0,9787	0,9839	0,9865	0,9917
+28	0,9412	0,9464	0,9516	0,9566	0,9618	0,9669	0,9721	0,9773	0,9799	0,9851
+30	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+32	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
+36	0,9049	0,9099	0,9149	0,9198	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

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
1	2	3
1	аенафтен	НИОПИК, Донецкий медицинский институт
2	3,3-диметилбутанол-2 (пинаколин)	НИИ химии АН УзССР
3	дисульфид	НИИ лекарственных средств
4	1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанол-2	НИИ химии АН УзССР
5	изобутиронитрил	Волгоградская обл. СЭС
6	3-изоцианотолуол	Горьковский НИИ ГТИПЗ
7	красители активные хлортриазиноновые	НИОПИК
8	красители винилсульфоновые	НИОПИК
9	красители дисперсные автрахиноновые	НИОПИК
10	красители триарилметановые	НИОПИК
11	красители фталоцианиновые	НИОПИК
12	крезидин	НИОПИК
13	натрия гидрокарбонат	Донецкий НИИ ГТИПЗ
14	натрий монохлоруксусный	Уфимский НИИ ГТИПЗ
15	натриевая соль полифталоцианина кобальта	Уфимский НИИ ГТИПЗ
16	рибофлавин	НИИ лекарственных средств
17	L-сорбоза	НИИ ГТИПЗ АМН СССР
18	сульфазин, сульфадiazин серебра, уросульфид	НИИ лекарственных средств
19	сульфантол	НИИ лекарственных средств
20	1,2,4-триазол	НИИ химии АН УзССР
21	триэтилфосфат	Львовский медицинский институт

1	2	1	2
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 ГТИБ	

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, I., 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

- Асфальт 3
 Гидрокарбонат натрия 7
 3,3-диметилбутанон-2 I2
 6,7-диметил-9-(Д-Г-рибитил)изоаллоксазин (рибофлагин) I8
 Аскульфан 22
 I,I-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2(дихлорфеноксипинаколин) 26
 Изобутиронитрил 3I
 3-изоцианотолуол (и-толилизотиоцианат) 35
 Красители: активные фенилсульфоновые 48
 активный красно-фиолетовый 2КТ 44
 активные хлортиазиноновые 65
 дисперсные антрахиноновые 40
 дисперсный прочный желтый 2Х 44
 основные триарилметановые 54
 фталоцианиновые 60
 Крездин 70
 Монохлоруксусный натрия 76
 Натриевая соль полифталоцианина кобальта 8I
 L-сорбоза 86
 Сульфадиазин серебра 92
 Сульфазин 92
 Сульфантрол 97
 I,2,4-триазол IOI
 Триэтилфосфат IOO
 Уросульфан 92
 I-хлор-3,3-диметилбутанон-2 IБ
 I-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2 I20
 I-хлор-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2 I20
 Цанамид кальция I26

СО Д Е Р Ж А Н И Е

стр.

1. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аценафта 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-Г-рибитил)изоаллоксазина (рибофлавина) в воздухе рабочей зоны. 18
5. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций дисульфиана в воздухе рабочей зоны. 22
6. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2(дихлорфеноксининаколина) в воздухе рабочей зоны. 26
7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изобутиронитрила в воздухе рабочей зоны. 31
8. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации 3-изоцианотолуола (и-толилизонианата) 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 ЕТ, 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 хлорфазиноновых 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-сорбози 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 концентрации 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 пирамиды кальция в воздухе рабочей зоны	126
Приложение 1	131
Приложение 2	132
Приложение 3	133
Приложение 4	135
Указатель определяемых веществ	136

1. - 47254 от 28.04.88 г. л. 875 Зак. № 1562 Тир 1000