МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

Выпуск N 27 (в двух частях)

часть 2

"Рарог" МП Москва. 1992 г.

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ РСФСР САНИТАРНО-ЭПИДЕМИОЛОГИЧЕСКОГО НАДЗОРА

ПОСТАНОВЛЕНИЕ

06.02.92 г.

N 1

Москва

О порядке действия на территории Российской Федерации нормативных актов бывшего Союза ССР в области санитарно-эпидемиологического благополучих 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 постановляет:

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

RULLATOHHA

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 2

"Рарог" МП Москва, 1992 г.

© "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 5279-90

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

по газохроматографическому измерению концентраций N-(2,4,6-трибромфенил)-малеинимида (ТБФМИ) в воздухе рабочей зоны

М.м. 409.8

N-(2,4,6-трибромфенил)-малеинимид (ТБФМИ) - кристаллический порощок светло-коричневого цвета. Температура плавления 125-127 °C. В воде нерастворим. Растворяется в ацетоне, уксусной кислоте, этиловом спирте.

В воздухе находится в виде аэрозоля. Обладает общетоксическим действием. ОБУВ в воздухе - 1 мг/м³ (рекомендуемый).

Характеристика метода

Метод основан на использовании газоадсорбционной хроматографии с применением детектора постоянной скорости рекомбинации.

Отбор проб производится с концентрированием на фильтр "синяя лента".

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме 0,01 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе 0,5 мг/м³ (при отборе 10 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций вещества в воздухе от $0.5\ \text{до}\ 10\ \text{мг/m}^3.$

Суммарная погрешность определения не превышает ± 21%.

Измерению не мешают фосфорная кислота, малеиновый ангидрид, триброманилин.

Время выполнения измерения, включая отбор проб, около 30 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф лабораторный газовый серии "Цвет-100".

Колонка хроматографическая из нержавеющей стали, длиной 2 м и внутренним диаметром 3 мм.

Баллон стальной для аргона, средней емкости, $Pp=15\ \kappa\Pi a$, $\Gamma OCT\ 949-75$.

Редуктор, ГОСТ 6268-78.

Шкаф сушильный марки 2В-151, ГОСТ 13474-79.

Весы аналитические ВЛА-200г-М, ТУ 25-06-1306-75.

Секундомер, ГОСТ 5072-72.

Аспирационное устройство, модель 822, ТУ 61-1-862-77.

Стаканы химические. ГОСТ 25336-82.

Колбы мерные, ГОСТ 1770-74.

Пипетки, ГОСТ 20292-74.

Микрошприц вместимостью 10 мкл.

Бумажный фильтр "синяя лента", ТУ 6-09-1678-72.

Воронка Бюхнера, ГОСТ 25336-82.

Реактивы, растворы и материалы

ТБФМИ, перекристаллизованный из этилового спирта.

40 г ТБФМИ растворяют в 100 мл этилового спирта при кипении, отфильтровывают на воронке для горячего фильтрования. Сосуд с раствором охлаждают в ледяной воде, выпавший осадок отсасывают на воронке Бюхнера и высушивают при 60°С.

Ацетон, ГОСТ 2603-79.

Хроматон N-AW-HMДS, силанизированный гексаметилдисилоксаном, фракция 0,315-0,4 мм.

Стандартный раствор N 1 с концентрацией 100 мкг/мл ТБФМИ готовят взятием точной навески - 0,01 г вещества и растворением вещества в ацетоне в мерной колбе вместимостью 100 мл. Раствор устойчив в течение 24 часов.

Отбор пробы воздуха

Воздух с объемным расходом 5 л/мин аспирируют через фильтр "синяя лента". Для определения 1/2 ОБУВ следует отобрать 10 л воздуха. Срок хранения отобранных проб 3 часа.

Подготовка к измерению

Один конец чистой, сухой колонки закрывают тампоном из стекловаты и заполняют твердым носителем при легком постукивании. Затем закрывают тампоном второй конец и устанавливают в термостат хроматографа, не подсоединяя колонку к детектору. Продувают аргоном со скоростью 40 мл/мин в течение 8 часов при температуре 250°C. После этого подсоединяют второй конец колонки к детектору и проверяют прибор на герметичность согласно инструкции к прибору.

Градуировочные растворы с содержанием ТБФМИ от 1 до 20 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора N 1 ацетоном. Растворы устойчивы в течение 24 часов.

По 10 мкл каждого градуировочного раствора вводят в хроматограф через самоуплотняющуюся мембрану. На основании полученных хроматограмм строят градуировочный график, выражающий зависимость площади пиков (см²) от количества компонента (мкг). Построение градуировочного графика проводят не менее чем по 6 точкам, проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации. Условия анализа и калибровки должны быть идентичными.

Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб.

Температура термостата колонки 200°C Температура испарителя 220°C Температура термостата детектора 220°C Скорость потока газа-носителя 30-40 мл/мин Расход газа на продувку 140-150 мл/мин

Скорость движения диаграммной ленты 240 мм/час Предел измерения по току 10^{-2} А Объем вводимой пробы 10 мкл Время удерживания ТБФМИ 4 мин 25 сек.

Проведение измерения

Фильтр с отобранной пробой помещают в стакан и обрабатывают 5 мл ацетона в течение 2-3 мин.

Для анализа берут 10 мкл исследуемого раствора, вводят через самоуплотняющуюся мембрану в испаритель хроматографа. Записывают хроматограмму, вычисляют площадь пика, по градунровочному графику находят количество определяемого компонента. Степень десорбции ТБФМИ с фильтра 97%.

Расчет концентрации

Концентрацию ТБФМИ "С" в воздухе (в мг/м 3) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot b}{6 \cdot V}$$
, rae

- а количество вещества, найденное в анализируемом объеме пробы, мкг:
- в общий объем пробы, мл;
- б объем пробы, взятый для анализа, мл;
- V объем воздуха (в л), 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:

$$V = \frac{V_{t}(273+20) \cdot P}{(273+t^{0}) \cdot 101,33}, r_{Ae}$$

Vt - объем воздуха, отобранный для анализа, л;

Р - барометрическое давление, (кПа) (101,33 кПа = 760 мм рт.ст.); t^0 - температура воздуха в месте отбора пробы. 0 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 Vt на соответствующий коэффициент.

Приложение 2. Справочное Коэффициент K для приведения объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79

°C	Давление Р, кПа (мм рт. ст.)									
	97,33	97,86	98,4	98,93	99,46	100	100,53	101,06	101,33	101,86
	(730)	(734)	(738)	(742)	(746)	(750)	(754)	(758)	(760)	(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	1,1763	1,1831	1,1862	1,1925
-22	1,1212	1,1274	1,1338	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	0,8475	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	0,9755	0,9851
+28	0,9349	0,9401	0,9453	0,9503	0,9655	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+30	0,9288	0,9339	0,9891	0,9440	0,9432	0,9542	0,9594	0,9646	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 3 Вещества, определяемые по ранее утвержденным и опубликованным методическим указаниям

Наименование вещества	Опубликованные методичес- кие указания
1	2
Лафогум	МУ на гравиметрическое опре- деление пыли в воздухе рабо- чей зоны и в системах вентиляционных установок. М., 1981, с. 235 (переизданный сборник МУ; в. 1-5)
Теломер	-"-
Инкар 27М	<u>.".</u>
Полиакриламид	_"-
Искусственное поликристал- лическое глиноземное волок- но с содержанием хрома до 0,5%	_""
Летучие продукты лигносульфонатов технических (АСТМ-3, АСТМ-4, АСТМ-5, АСТМ-8)	МУ на фотометрическое опре- деление формальдегида в воз- духе. М., 1981, с. 181 (переизданный сборник МУ, в. 1-5)
Изопропилацетат	МУ на колориметрическое определение сложных эфиров одноосновных органических кислот в воздухе. М., 1981, с. 162 (переизданный сборник МУ, в. 1-5)

Чистящее средство Блеск-3, Блик

1

МУ по фотометрическому измерению концентраций едких щелочей и карбоната натрия в воздухе рабочей зоны. в. X, M., 1988. с. 49.

2

Чистящее средство Лилия-3

МУ по измерению концентраций натрия сульфата в воздухе рабочей зоны методом атомно-абсорбционной спектрофотометрии, в. XXI, М., 1988, с. 134.

Жидкость НГЖ-4

Методические указания на определение дибутилфенилфосфата в воздухе рабочей зоны, в. XYI, М., 1981, с. 55.

В 22 выпуске Методических Указаний по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны, М., 1988 г., Приложение З, с. 409, позиция 45 авторами методики контроля неорганических соединений ртути являются Киевский НИИ гигиены труда и профзаболеваний и Киевский ГОСНИИХЛОРПРОЕКТ, а не ЦОЛИУВ (г. Москва), как это ошибочно указано.

Редакционная коллегия приносит авторам свои извинения.

 Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций З-(5-нитро-2-фурил) акроленна в воздухе рабочей зоны (Рижский мединститут).

251.

2. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций N-оксиэтил-N, І-цианэтиланилина в воздухе рабочей зоны (Харьковский НИИ ГТиПЗ).

255.

3. Методические указания по спектрофотометричес кому измерению концентраций ортофена в воздухе рабочей зоны (НИИ дексредств).

260.

4. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций основания амиридина в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств).

264.

5. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 6-(пара-фталиламинобензоилсульфаниламидо)-3-метоксипиридазина (фтазин) в воздухе рабочей зоны (Новокузнецкий филиал НИХФИ).

268.

6. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 5,5-пентаметилен-7-оксо-2,3,4,5,6,7-гексагидроциклопента-(Δ)-пиримидина в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств).

272.

7. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций полноксипропилендиамина ДА-500 в воздухе рабочей зоны (Киевский медицинский институт).

276.

8. Методические указания по измерению концентраций ремантадина в воздуже рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии (НИИ дексредств).

281.

9. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций сульфенамида Ц {N-циклогексил-

кому измерению концентраций 1,2,4,5-тетраметилбензола (дурола) в воздухе рабочей зоны (ВНИЙОС, Москва).	293.
12. Методические указания по вольтамперометрическому измерению концентраций теллурид кадмия-ртути в воздухе рабочей зоны (МГУ, Гиредмет).	297.
13. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций 2,4,6,8-тетраметил-2,4,6,8-тетразобицикло(3,3,0) — октадиона-3,7 (мебикар) в воздухе рабочей зоны (Новокузнецкий филиал НИХФИ).	302 .
14. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций тиомочевины в воздухе рабочей зоны (Донецкий мединститут).	306.
15. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций тиурама Е в воздухе рабочей зоны (Узбекский НИИ санитарии, гигиены и ПЗ).	310.
16. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1-)1,2,4-триазолил)-1-(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанола-2 (триадименола) в воздухе рабочей зоны (Узбекский НИИ химии).	314.
17. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций N-(2,4,6-трибромфенил)-малеинимида (ТБФМИ) в воздухе рабочей зоны (Одесский мединститут).	319.

бензтиазолсульфенамид-2) в воздухе рабочей зоны (Узбек-

10. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций α -терпениола в воздухе

11. Методические указания по газохроматографичес-

зоны (Белорусский санитарно-гигиенический

285.

289.

ский НИИ санитарии, гигиены и ПЗ).

рабочей институт).

18. Методические указания по спектрофотометричес-2,4,6-триметиланилида-1кому измерению концентраций бутилпирродидинкарбоновой-2 кислоты (пиромекаин основание) в воздухе рабочей зоны (Новокузнецкий филиал нихфи). 19. Методические указания газохроматографическому измерению концентраций 1.2.3-трихлорбутадиена-1.3 в воздухе рабочей зоны (НПО "Наирит").

327.

20. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций 1,2,3-трихлорбутена; трихлорбутена и 1,2,4-трихлорбутена в воздухе рабочей зоны (НПО "Наирит").

21. Методоческие указания по фотометрическому измерению концентраций 1-(2'.4'.6'-трихлорфенил)-3-3"-(2"'.4"'дитретамилфеноксиацетиламино)-бензоиламино-4-(4""-метоксифенилазо)-пиразолона-5 в воздухе рабочей зоны (НИИМСК. Ярославль).

22. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций уайт-спирита, этилацетата, толуола, м- и о-ксилола в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ AMH CCCP).

23. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций фенилэтилового спирта, фенилэтилацетата. бензилового спирта и бензилацетата воздухе рабочей зоны (1-ый мединститут, Москва).

24. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций фосфатдициклогексиламина в воздухе рабочей зоны (Киевский НИИ ГТиПЗ).

25. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций фталевого ангидрида и ди349.

344.

323.

332.

336.

340.

26. Методические указания по измерению концентраций фурфуриламина в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии (НИИ лексредств).	359.
27. Методические указания по экстракционно-фотометрическому измерению концентраций хинуклидил-3-дифенил-карбинола гидрохлорида (фенкарола гидрохлорида) в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств).	363.
28. Методические указания по экстракционно-фотометрическому измерению концентраций хинуклидил-3-дифенил-карбинола основания (фенкарола основания) в воздухе рабочей зоны (НИИ лексредств).	367.
29. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 8-хлор-11-(4-метил-1-пиперазинил)-5 Н-дибензо [b, e] [1,4] -диазепина (азолептин) в воздухе рабочей зоны (Новокузнецкий филиал НИХФИ).	371.
30. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций о-хлортолуола и суммы м- и п-хлортолуолов в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ АМН СССР).	375.
31. Методические указания по спектрофотометричес- кому измерению концентраций эмоксипина в воздухе рабочей зоны (Новокузнецкий филиал НИХФИ).	380

бутилфталата в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТиПЗ АМН

354.

384.

CCCP).

32. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций этамзилата в воздухе рабочей

33. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 5-этил-5-(2-амил)-2-тиобарбитуровой

зоны (НИИ лексредств).

кислоты (тиопентал-кислота) в воздухе рабочей зоны (Новокузнецкий филиал НИХФИ).	388.
34. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций этилацетата, ацетона и толуола в воздухе рабочей зоны с применением для отбора пассивных дозиметров (НИИ ГТиПЗ АМН СССР).	392.
35. Методические указания по газохроматографичес- кому измерению концентраций 2-этилгексанола в воздухе рабочей зоны (НИИ ГТИПЗ АМН СССР).	397.

- 36. Методические указания по спектрофотометрическому измерению концентраций этмозина основания и этмозина в воздухе рабочей зоны (НИИ дексредств). 401.
- 37. Методические указания по измерению концентраций 3-этоксикарбамидофенил-N-фенилкарбамата (десмедифама) и 3-оксифенилэтил карбамата в воздухе рабочей зоны методом тонкослойной хроматографии (Армянский НИИ ГТиПЗ).

406

411.

415.

- 38. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций этоксиэтилового эфира акриловой (этоксиэтилакрилата) в воздухе рабочей зоны КИСЛОТЫ (НИИМСК, Ярославль).
- 39. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций ацетальдегида, масляного альдегида и кротонового альдегида в воздухе рабочей зоны (П.О. Омскхимпром).
- 40. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций анилика в воздухе рабочей зоны (ЦНИИЛ по газобезопасности, г. Н-Куйбышевск). 420.

42. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций сероводорода в воздухе рабочей зоны (ЦНИИЛ по газобезопасности, г. Н-Куйбышевск).	431.
43. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций аммония стеариновокислого в воздухе рабочей зоны (Рижский мединститут).	436.
44. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций бензальдегида и малонового эфира в воздухе рабочей зоны (Рижский мединститут).	444.
45. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 5-нитрофурфуролдиацетата в воздухе рабочей зоны (Рижский мединститут).	448.
Приложение 1. Приведение объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79 (температура 20^{0} С, давление 760 мм рт.ст.)	452.
Приложение 2. Коэффициент К для приведения объема воздуха к условиям по ГОСТ 12.1.016-79.	453.
Приложение 3. Вещества, определяемые по ранее утвержденным и опубликованным методическим указаниям.	454.

41. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций резорцина в воздухе рабочей зоны ЦНИИЛ по газобезопасности, г. II-Куйбышевск).

427.

Методические указания по измерению концентраций вредимх веществ в воздухе рабочей зоны.

Вынуск N 27 (в двух частях) часть 2.

M.: MII "Papor", 1992. - 220 c.

Формат 60х84/16. Бумага офсетцая, Гаринтура "Балтика". Печать офсетная. Усл. веч. л. 14. Тираж 2500, 2 часть, Заказ 1157.

Типография Минстанкопрома