

Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое измерение концентраций *b*-меркаптопропионовой кислоты в воздухе рабочей зоны

МУК 4.1.0.378-96

Минздрав России

Москва - 1999

1. Методические указания разработаны с целью обеспечения контроля соответствия фактических концентраций вредных веществ их предельно допустимым концентрациям (ПДК) и ориентировочно безопасным уровням воздействия (ОБУВ) - санитарно-гигиеническим нормативам и являются обязательными при осуществлении санитарного контроля.

2. Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 32) утверждены и. о. Председателя Госкомсанэпиднадзора России - заместителем Главного государственного санитарного врача Российской Федерации 8 июня 1996 г.

3. Введены впервые.

4. Включенные в данный выпуск методики контроля разработаны и подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТа 12.1.005-88 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования», ГОСТа 12.1.016-79 ССБТ «Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ», ГОСТа Р 1.5-92 п. 7.3, ГОСТа 8.101-90 «Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений». Методические указания одобрены комиссией по государственному санитарно-эпидемиологическому нормированию Госкомсанэпиднадзора России и Проблемной комиссией «Научные основы гигиены труда и профпатологии».

Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны (выпуск 32) предназначены для центров Госсанэпиднадзора, санитарных лабораторий промышленных предприятий при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также заинтересованных министерств и ведомств.

Ответственный исполнитель: Г.А. Дьякова

Исполнители: Г.А. Дьякова, Л.Г. Макеева, Е.М. Малинина, С.М. Попова, Н.С. Горячев, М.И. Аржанова, Т.В. Рязанцева, Е.Н. Грицун.

УТВЕРЖДЕНО

И. о. Председателя Госкомсанэпиднадзора
России - заместителем Главного
государственного санитарного врача
Российской Федерации

Г.Г. Онищенко

8 июня 1996 г.

МУК 4.1.0.378-96

Дата введения: с момента утверждения

4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ

Газохроматографическое измерение концентраций *b*-меркаптопропионовой кислоты в воздухе рабочей зоны

$C_3H_6O_2S$

М. м. 106,1

b-меркаптопропионовая кислота (МПК) - желтоватая жидкость с сильным неприятным запахом. Т_{пл.} - 16 - 17 °С, Т_{кип.} - 110 °С при 10 мм рт. ст. Плотность - 1,219 г/мл Растворима в воде, толуоле, эфире, спирте и других органических растворителях.

В воздухе присутствует в виде паров и аэрозоля.

Обладает выраженным раздражающим и общетоксическим действием.

ПДК в воздухе - 0,1 мг/м³.

Характеристика метода

Метод основан на использовании газовой хроматографии на приборе с пламенно-ионизационным детектором.

Отбор проб проводится с концентрированием на фильтр и в этанол.

Предел измерения в анализируемом объеме пробы (7 мкл) - 0,01 мкг.

Предел измерения в воздухе - 0,05 мг/м³ (при отборе 15 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций - 0,05 - 1,0 мг/м³.

Граница суммарной погрешности измерения не превышает ± 20 %.

Определению не мешают: меркаптаны, пропионовая и дитиопропионовая кислоты.

Время выполнения измерения, включая отбор проб - 45 мин.

Приборы, аппаратура, посуда

Газовый хроматограф с пламенно-ионизационным детектором

Колонка из нержавеющей стали длиной 1,5 м и внутренним диаметром 3 мм

Электроаспиратор ЭА-2С-М1 ТУ 2.840.016

Микрошприц МШ-10 ТУ 2.833-106

Набор сит «Физприбор»

Баня водяная

Колбы мерные, вместимостью 25 и 50 мл ГОСТ 1770-74

Пипетки, вместимостью 1, 2 и 5 мл ГОСТ 20292-74

Линейка и лупа измерительные

Реактивы, растворы, материалы

Кислота *b*-меркаптопропионовая, с содержанием

основного вещества 98,6 %

Основной раствор кислоты в гексане с концентрацией 1 мг/мл. Готовят растворением 50 мг кислоты в 50 мл гексана.

Стандартные растворы кислоты с концентрациями 2,0; 10; 15,0; 20,0; 30,0 и 40,0 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением основного раствора. Растворы устойчивы в течение 10 дней.

Метиловый спирт, х. ч. ГОСТ 6995-77

Хлороформ, х. ч. ГОСТ 215-74

Хроматон N-AW-DMCS

Газообразные (в баллонах с редукторами):

азот ГОСТ 9293-74

водород ГОСТ 3022-70

воздух (компрессор) ГОСТ 11882-73

Гексан, ч. ТУ 6-09-3375-78

Этанол, ректификат (96 %) ГОСТ 5963-67

Фильтры АФА-ВП-10 ТУ 85-743-80

Отбор проб воздуха

Воздух со скоростью 1,0 л/мин аспирируют через систему фильтр - поглотительный прибор с пористой пластинкой с 5 мл этанола при охлаждении льдом. Для определения 0,5 ПДК достаточно отобрать 15 л воздуха. Срок хранения отобранных проб - 7 суток при температуре +4 °С.

Подготовка к измерению

Приготовление насадки для хроматографической колонки.

Носитель для хроматографической колонки готовят следующим образом: берут навеску ортофосфорной кислоты в количестве 2 % по отношению к весу хроматона и растворяют в метаноле, взятом в количестве, достаточном для полного смачивания носителя. Метанол испаряют на водяной бане при постоянном перемешивании (работа проводится в вытяжном шкафу). Затем берут навеску Апиэзона L в количестве 15 % по отношению к весу хроматона и растворяют в хлороформе, раствор заливают в фарфоровую чашку с хроматоном, модифицированным ортофосфорной кислотой, и, аналогично выше описанному, удаляют растворитель. Хроматографическую колонку заполняют приготовленным сорбентом и кондиционируют при температуре 185 °С в течение 6 - 8 часов. После этого колонку подсоединяют к детектору и снижают температуру термостата до рабочей. Общую подготовку прибора к работе проводят согласно инструкции.

Для количественного определения используют метод абсолютной калибровки. Для этого в испаритель хроматографа вводят по 7 мкл градуировочных растворов МПК с содержанием от 0,014 до 0,28 мкг вещества. По полученным результатам строят градуировочный график зависимости площади пика (мм²) от содержания вещества (мкг), проводя 5 параллельных определений для каждой концентрации.

Условия хроматографирования градуировочных растворов и анализируемых проб:

Температура термостата колонок	155 °С
Температура испарителя	200 °С
Скорость потока газа-носителя (азота)	30 мл/мин
Скорость потока водорода	35 мл/мин
Скорость потока воздуха	300 мл/мин
Скорость диаграммной ленты	600 мм/ч
Объем вводимой пробы	7 мкл
Время удерживания МПК	1 мин 55 с

Проведение измерения

Для определения паров и аэрозоля *b*-МПК содержимое поглотителя переносят в фарфоровую чашку, помещают туда фильтр и проводят экстракцию МПК в течение 15 мин при постоянном перемешивании. Затем раствор упаривают на водяной бане примерно до объема 0,5 мл. Остаток количественно переносят в микропробирку или бюкс с пришлифованной пробкой и упаривают досуха. Сухой остаток растворяют в 0,5 мл гексана и далее 7 мкл пробы вводят в испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану. Затем записывают хроматограмму, вычисляют площади пика и по градуировочному графику находят количество определяемого компонента.

Расчет концентраций

Концентрацию вещества (*C*) в воздухе (мг/м³) вычисляют по формуле:

$$C = \frac{a \cdot v}{b \cdot V_{20}}, \text{ где}$$

a - количество *b*-МПК, найденное в анализируемом объеме раствора по калибровочному графику, мкг;

v - общий объем пробы, мл;

b - объем пробы, взятой для анализа, мл;

*V*₂₀ - объем воздуха, отобранного для анализа, приведенного к стандартным условиям, л (см. приложение 1).

Методические указания разработаны НИИ медицины РАМН, г. Москва.

Приложение 1

Приведение объема воздуха к стандартным условиям (температура 20 °С и давление 760 мм рт. ст.) проводят по формуле:

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

*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*₂₀ следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения воздуха к стандартным условиям надо умножить *V*_t на соответствующий коэффициент.

Приложение 2

Коэффициенты для приведения объема воздуха к стандартным условиям

°С	Давление <i>P</i> , 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	1,2038	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	1,0475	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

Вещества, определяемые по ранее утвержденным методическим указаниям по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Определяемое вещество	Ссылка на источник
Аммония полифосфат	Методические указания на фотометрическое определение аммиака в воздухе, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 58
Алюминия сульфат	Методические указания на фотометрическое определение алюминия, окиси алюминия и алюмоникелевого катализатора в воздухе, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 3
2,5-бифенилилендиацетат	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
Виндидат	Методические указания по измерению концентраций сульфата калия, калийной магнезии и хлорида калия в воздухе рабочей зоны методом пламенной фотометрии, в. 22. - М., 1988. - С. 182
Диэтилентриамин	Методические указания по фотометрическому измерению концентраций третичных жирных аминов и аминоспиртов в воздухе рабочей зоны, в. 19. - М., 1984. - С. 137
Дубитель хромовый	Методические указания на фотометрическое определение окиси хрома в воздухе рабочей зоны, в. 14. - М., 1979. - С. 108
Дуниты	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5, - М., 1981, - С. 235
Кобазол	Методические указания по фотометрическому определению кобальта, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 14
Кремния карбид	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
Полибутилтерефталат	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
Полимер кубовых остатков ректификации стирола (термополимер «КОРС»)	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235
В-фенилэтиламидхлоруксусная кислота (контроль по бензолу)	Методические указания по газохроматографическому измерению ацетона, дихлорметана, дихлорэтана, трихлорэтилена, бензола в воздухе рабочей зоны, в. 9. - М., 1986. - С. 23
Фториды редкоземельных металлов	Методические указания по ионометрическому измерению концентраций солей фтористоводородной кислоты, в. 21. - М., 1986. - С. 269
Хлопковая мука	Методические указания по фотометрическому определению БВК в воздухе рабочей зоны, в. 18. - М., 1983. - С. 139
Целлюлоза микрокристаллическая	Методические указания на гравиметрическое определение пыли в воздухе рабочей зоны и в системах вентиляционных установок, в. 1 - 5. - М., 1981. - С. 235

Рис. 1

Ловушка-концентратор. Общий вид

Рис. 2

Ловушка-концентратор