

**Измерение концентраций дисперсных полизэфирных моноазокрасителей: желто-коричневого 2Ж (ДЖКП-2Ж), темно-синего 3 (ДТСП-3), красного Ж (ДКП-Ж) методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны**

**Государственная система санитарно-эпидемиологического нормирования Российской Федерации**

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

**Измерение концентраций дисперсных полизэфирных моноазокрасителей: желто-коричневого 2Ж (ДЖКП-2Ж), темно-синего 3 (ДТСП-3), красного Ж (ДКП-Ж) методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны**

**МУК 4.1.0.366-96**

**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. Грицен.

**УТВЕРЖДЕНО**

И. о. Председателя Госкомсанэпиднадзора

России - заместителем Главного  
государственного санитарного врача

Российской Федерации

Г.Г. Онищенко

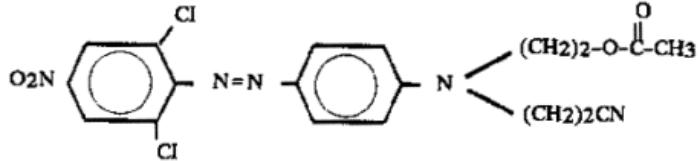
8 июня 1996 г.

**МУК 4.1.0.366-96**

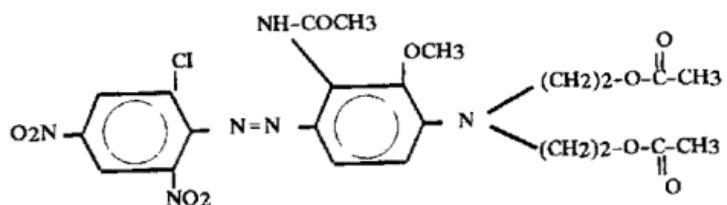
Дата введения: с момента утверждения

**4.1. МЕТОДЫ КОНТРОЛЯ. ХИМИЧЕСКИЕ ФАКТОРЫ**

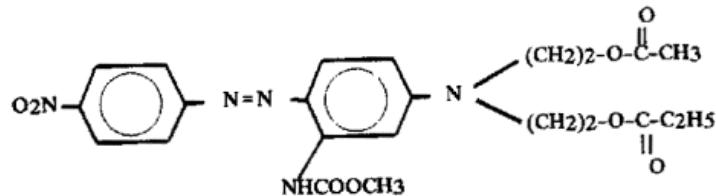
**Измерение концентраций дисперсных полизэфирных моноазокрасителей: желто-коричневого 2Ж (ДЖКП-2Ж), темно-синего 3 (ДТСП-3), красного Ж (ДКП-Ж) методом тонкослойной хроматографии в воздухе рабочей зоны**



(ДЖКП-2Ж; 2,6-дихлор-4-нитро-4¢N-ацетоксиэтил-N-цианэтиламиноазобензол). ПДК в воздухе - 0,5 мг/м<sup>3</sup>.



(ДТСП-3; 2,4-динитро-6-хлор-2¢-ацетаамино-3¢-метокси-4¢ N-диацетоксиэтиламиноазобензол). ПДК в воздухе - 1,0 мг/м<sup>3</sup>.



(ДКП-Ж; 4-нитро-2-ацетамино-4- $\text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2$ -пропионилоксиметил-N, *b*-ацетоксиэтиламиноазобензо. ПДК в воздухе - 1,0 мг/м<sup>3</sup>.

ДЖКП-2Ж, ДТСП-3, ДКП-Ж - мелкодисперсные порошки, разлагаются при Т выше 100 °С. Не растворимы в воде, частично растворимы в концентрированных минеральных кислотах, хорошо - в разбавленных, диметилсульфоксида, этиленгликоле, ацетоне, спиртово-кислотной смеси.

В воздухе находятся в виде аэрозоля.

ДЖКП-2Ж, ДТСП-3, ДКП-Ж относятся к малотоксичным и малоопасным соединениям при однократном воздействии (4-й класс опасности).

#### Характеристика метода

Метод основан на хроматографировании ДЖКП-2Ж, ДТСП-3, ДКП-Ж в тонком слое силикагеля на пластинах «Силуфол УФ-254» в системе бензол - ацетон (5 : 2).

Для количественной оценки хроматограмм использован спектрометрический метод.

Отбор проб проводят с концентрированием на фильтр.

Нижний предел измерения - 1 мкг в анализируемом объеме.

Нижний предел измерения в воздухе - 0,25 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 80 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 0,25 до 5 мг/м<sup>3</sup>.

Суммарная погрешность измерения не превышает ±11 %.

Время выполнения анализа, включая отбор проб - 1,5 ч.

#### Приборы, аппаратура, посуда

Спектрофотометр СФ-26

Аспирационное устройство

Фильтродержатель

Хроматографические камеры

ГОСТ 20565-75

Микрошприц МШ-10

ГОСТ 8043-75

Стаканы химические, вместимостью 50 мл

ГОСТ 10394-72

Колбы мерные, вместимостью 25, 50, 100 мл

ГОСТ 1770-74

Пипетки, вместимостью 0,1; 1,0; 2,0; 5,0 мл

ГОСТ 20292-74

Пробирки

ГОСТ 10515-69

Пластины хроматографические «Силуфол УФ-254»,

размером 15 × 15 см (ЧСФР)

#### Реактивы, растворы, материалы

Бензол, х. ч.

ГОСТ 5955-68

Хлороформ, х. ч.

ГОСТ 20015-74

Ацетон, ч. д. а.

ГОСТ 2603-79

Спирт этиловый, 96 %-ный

ГОСТ 5963-67

Кислота уксусная, х. ч., 50 %-ный раствор

ГОСТ 61-75

Кислота соляная, х. ч., концентр.

ГОСТ 1318-67

Растворитель: хлороформ - бензол - ацетон 3 : 2 : 1

Подвижный растворитель: бензол - ацетон 5 : 2

Основной стандартный раствор ДЖКП-2Ж, ДТСП-3, ДКП-Ж с содержанием 20 мг/мл готовят в смеси растворителей хлороформ - бензол - ацетон (3 : 2 : 1) в мерных колбах на 100 мл. Расчет концентраций проводят с учетом процентного содержания основного компонента в выпускной форме.

Рабочие стандартные растворы ДЖКП-2Ж, ДТСП-3, ДКП-Ж с концентрацией 0,1; 0,3; 0,5; 0,8; 1,0 и 2,0 мг/мл готовят в мерных колбах на 25 мл путем соответствующего разбавления основного стандартного раствора смесью растворителей хлороформ - бензол - ацетон. Растворы устойчивы в течение 3-х суток.

**Отбор проб воздуха**

Воздух со скоростью 5 л/мин аспирируют через фильтр АФА-ВП-20, помещенный в фильтродержатель.

Для определения 1/2 ПДК ДЖКП-2Ж следует отобрать 80 л воздуха, для ДТСП-3 и ДКП-Ж - 40 л воздуха. Пробы устойчивы в течение 1 недели.

**Подготовка к измерению**

На хроматографическую пластинку на расстоянии 15 мм друг от друга наносят стандартные растворы с концентрацией от 0,1 до 2,0 мг/мл по 10 мкл.

Пластину помещают в хроматографическую камеру, в которую за 30 минут наливают подвижный растворитель в таком количестве, чтобы пластина была погружена на 0,5 - 0,8 см. После того, как подвижный растворитель поднимается на 120 мм, пластину извлекают из камеры, отмечают линию фронта растворителя и высушивают на воздухе.

Красители проявляются в виде цветных пятен: ДТСП-3 - сине-фиолетового цвета ( $R_f = 0,82$ ); ДЖКП-2Ж - желтого цвета ( $R_f = 0,67$ ); ДКП-Ж - оранжево-красного цвета ( $R_f = 0,69$ ). Окраска устойчива в течение 3-х суток.

Окрашенные пятна счищают с пластин в пробирки и заливают 1 мл 50 %-ного раствора уксусной кислоты и оставляют на 15 минут. Затем приливают 2 мл этилового спирта, 1 мл концентрированной соляной кислоты и через 20 минут измеряют оптическую плотность при длине волн ДТСП-3 - 580 нм; ДЖКП-2Ж - 425 нм; ДКП-Ж - 490 нм. По полученным данным строят калибровочную кривую зависимости концентрации раствора от оптической плотности.

**Проведение измерения**

Фильтр с отобранный пробой промывают трижды по 2 мл смесью растворителей хлороформ - бензол - ацетон и упаривают с помощью ротационного испарителя до объема 0,2 мл. Степень десорбции вещества с фильтра для ДТСП-3 - 98,3 %; ДЖКП-2Ж - 98,5 %; ДКП-Ж - 97,5 %. Пробу в количестве 0,01 мл переносят на пластину «Силуфол УФ-254» и в дальнейшем проводят разделение и количественное определение как было указано выше при построении калибровочного графика.

**Расчет концентрации**

Концентрации пигментов ДЖКП-2Ж, ДТСП-3 ДКП-Ж ( С ) в воздухе (мг/м<sup>3</sup>) вычисляются по формуле:

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

а - количество ДЖКП-2Ж, ДКП-Ж, ДТСП-3, найденное по калибровочному графику, мкг;

в - общий объем раствора пробы, мл;

б - объем пробы, взятой для анализа, мл;

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

*Методические указания разработаны НИИ ГТиПЗ г Харьков, Украина.*

**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**

°C	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	1,0986	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	0,9999	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	0,9783	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	0,9555	0,9605	0,9657	0,9708	0,9734	0,9785
+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	0,9199	0,9248	0,9297	0,9347	0,9397	0,9421	0,9471

Приложение 3

**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 алюминикелевого 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
Винидат	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
Полибутилентерефталат	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-фенилэтиламидиндхлорускусная 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

Приложение 4

Рис. 1

Ловушка-концентратор. Общий вид

**Рис. 2**

Ловушка-концентратор