

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

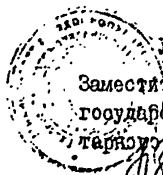
Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для санитарно-эпидемиологических станций и санитарных лабораторий на промышленных предприятиях при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских 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 методам 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.



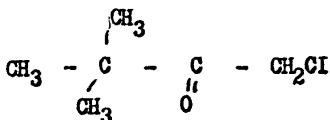
УТВЕРЖДАЮ

Заместитель Главного  
государственного санитарного  
врача СССРА.И. ЗАМЧЕНКО

" 11 " декабря 1987 г.

№ 4463-87

# МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ I-ХЛОР- 3,3 ДИМЕТИЛБУТАНОНА-2 В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



М.м. = 134,6

I-хлор-3,3 диметилбутанон-2, монохлорпинаколин (МХП), является промежуточным продуктом синтеза фунгицида азоцена. МХП - бесцветная жидкость с резким запахом, плотность 1,04 г/см<sup>3</sup>, хорошо растворим в органических растворителях, в воде - плохо растворим, T<sub>кип</sub> 173°С. Упругость паров 4 мм рт.ст. при 25°С. МХП обладает функциональной кумуляцией.

В воздухе находится в виде паров и аэрозоля.

ПДК 20 мг/м<sup>3</sup>.

## Характеристика метода

Метод основан на использовании газожидкостной хроматографии с применением детектора постоянной скорости рекомбинации (детектор по захвату электронов).

Отбор проб проводят с концентрированием в толуол.

Нижний предел измерения в хроматографируемом объеме 0,01 мкг.

Нижний предел измерения в воздухе 10 мг/м<sup>3</sup> (при отборе 5 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 10 до 60 мг/м<sup>3</sup>.

Измерению не мешают пинаколин, дихлорпинаколин.

Суммарная погрешность не превышает  $\pm 25\%$

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

#### Приборы, аппаратура, посуда

Хроматограф марки "Цвет-164"

Колонка стеклянная длиной 2 м, с внутренним диаметром 3,5 мм

Аспирационное устройство

Поглотительные приборы со стеклянной пористой пластинкой

Колбы мерные, вместимостью 25 мл, ГОСТ 1770-74

Пипетки мерные, ГОСТ 20292-74, вместимостью 1,5 и 10 мл

Ротационный вакуумный испаритель с набором колб ИР-1М, ТУ-25-11-917-74

Пробирки с припаянными пробками, ГОСТ 10515-75, на 10 мл

Посуда лабораторная, согласно ГОСТ 1770-74

Микрошприц МШ-10, ГОСТ 8043 -74

Линейка измерительная, ГОСТ 8309-75

Секундомер, ГОСТ 5072-79

Водоструйный насос

### Реактивы, растворы, материалы

Толуол, ГОСТ 578978, ч.д.а.

Насадка для колонки хроматон И - АМ - ДМС

с 5% SE-30 фракция 0,16-0,20 мм (производство ЧССР)

Газообразный азот, ГОСТ 9293-74 в баллонах с редуктором

Стандартный раствор монохлорпинаколина № I: в мерную колбу вместимостью 25 мл вносят 5 мл толуола и взвешивают. Добавляют 2-3 капли монохлорпинаколина, взвешивают и доводят объем до метки толуолом. По результатам двух взвешиваний рассчитывают концентрацию вещества в мг/мл, раствор устойчив в течение 1 месяца; при  $+4^{\circ}\text{C}$ .

Стандартный раствор № 2 с концентрацией 100 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № I толуолом. Раствор устойчив в течение 5 дней при  $+4^{\circ}\text{C}$ .

### Отбор пробы воздуха

Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных сосуда, содержащих по 5 мл толуола при охлаждении смесью измельченного льда с хлоридом натрия. Для определения 0,5 ПДК достаточно отобрать 5 л воздуха. Срок хранения проб - 5 дней при  $+4^{\circ}\text{C}$ .

### Подготовка к измерению.

Хроматографическую колонку заполняют насадкой с подсоединением слабого вакуума (с помощью водоструйного насоса). Колонку помещают в термостат хроматографа и, не подсоединяя к детектору, кондиционируют при скорости газоносителя до 40 мл/мин в течение 8 часов, продувку начинают с комнатной температуры и повышают ее до  $200^{\circ}\text{C}$ .

Градуировочные растворы с содержанием определяемого вещества от 10 до 60 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № 2 растворителем.

Растворы устойчивы в течение 5 дней при температуре +4°C.

Градуировочные растворы готовят согласно таблице.21

Таблица 21

| Шкала градуировочных графиков |                                   |                               |                              |   |
|-------------------------------|-----------------------------------|-------------------------------|------------------------------|---|
| № стандарта                   | Стандартный р-р<br>№ 2 100 мкг/мл | Растворитель, то-<br>луол, мл | Концентра-<br>ция,<br>мкг/мл | Содержание<br>монохлорпи-<br>наколина в<br>1 мкл хрома-<br>тографируемого<br>раствора, мкг. |
| 1                             | 0                                 | 10                            | 0,0                          | 0,00  |
| 2                             | 1                                 | 9                             | 10                           | 0,01  |
| 3                             | 2                                 | 8                             | 20                           | 0,02  |
| 4                             | 3                                 | 7                             | 30                           | 0,03  |
| 5                             | 4                                 | 6                             | 40                           | 0,04  |
| 6                             | 5                                 | 5                             | 50                           | 0,05  |
| 7                             | 6                                 | 4                             | 60                           | 0,06  |

Для количественного определения используют метод абсолютной калибровки. В испаритель хроматографа через самоуплотняющуюся мембрану вводят по 1 мкл каждого из градуировочных растворов, приготовленных согласно таблице. На основании полученных данных строят градуировочный график, выражающий зависимость высоты пика (мл) от количества компонента (мкг). Построение графика производят из 5 параллельных определений для каждой концентрации.

### Условия хроматографирования градуировочных смесей и анализируемых проб

|                                      |               |
|--------------------------------------|---------------|
| Температура термостата колонок       | 120°С         |
| Температура испарителя               | 200°С         |
| Температура термостата детектора     | 200°С         |
| Скорость потока азота                |               |
| — через колонку                      | 30 мл/мин     |
| — через детектор                     | 190 мл/мин    |
| Скорость движения диаграммной ленты  | 240 мл/час    |
| Время удерживания моноклорпинаколина | 1 мин 44 сек. |
| Время выхода растворителя            | 38 сек        |

### Проведение измерения

Для определения концентрации паров моноклорпинаколина, содержащее поглотительных сосудов анализируют отдельно, вводя в испаритель хроматографа 1 мкл раствора не менее 5 раз.

Записывают хроматограмму и по градуировочному графику находят количество определяемого компонента.

### Расчет концентрации

Концентрацию вещества в мг/м<sup>3</sup> вычисляют по формуле:

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

- а — количество вещества, найденное в анализируемом объеме поглотительного раствора по калибровочному графику, мкг;
- в — общий объем поглотительного раствора, мл;
- δ — объем поглотительного раствора, взятого для анализа, мл;
- V — объем воздуха, отобранный для анализа, приведенный к стандартным условиям, л.

## 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.);

$t^\circ$  - температура воздуха в месте отбора пробы, °C.

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 Р, кПа (мм рт.ст.) |                |               |                |                |              |                 |                 |                 |                 |
|-----|-----------------------------|----------------|---------------|----------------|----------------|--------------|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
|     | 97,33<br>(730)              | 97,86<br>(734) | 98,4<br>(738) | 98,93<br>(742) | 99,46<br>(746) | 100<br>(750) | 100,53<br>(754) | 101,06<br>(758) | 101,33<br>(760) | 101,86<br>(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  | 0,9605                      | 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         | 0,9492         | 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          |
| 38  | 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     | апенатен                                       | 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 ГТяИЗ                           |
| 7     | красители активные хлортриазиноновые           | НИОПИК  |
| 8     | красители винилсульфоновые                     | НИОПИК  |
| 9     | красители дисперсные атрахиноновые             | НИОПИК  |
| 10    | красители триарилметановые                     | НИОПИК  |
| 11    | красители фталоцианиновые                      | НИОПИК  |
| 12    | крезидин                                       | НИОПИК  |
| 13    | натрия гидрокарбонат                           | Донецкий НИИ ГТяИЗ                              |
| 14    | натрий монохлоруксусный                        | Уфимский НИИ ГТяИЗ                              |
| 15    | натриевая соль полифталоцианина кобальта       | Уфимский НИИ ГТяИЗ                              |
| 16    | рибофлавин                                     | НИИ лекарственных средств                       |
| 17    | L-сорбоза                                      | НИИ ГТяИЗ АМН СССР                              |
| 18    | сульфазин, сульфадиазин серебра, уро-сульфамид | 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-<br>бутанон-2 | НИИ химии АН УзССР |   |
| 25 | цианамид кальция                                | Армянский НИИ ГТИЗ |   |

## 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

Ацетилфен 3

Гидрокарбонат натрия 7

3,3-диметилбутанон-2 12

6,7-диметил-9-(Д-1-рибитил)изоаллоксазин (рибофлагин) 18

Аксульфен 22

1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанон-2(дихлорфеноксипинаколин) 26

Изобутиронитрил 31

3-изоцианотолуол (и-толилизониат) 35

Красители: активные фенилсульфоновые 48

активный красно-фиолетовый 2КТ 44

активные хлортиазиновые 65

дисперсные антрахиноновые 40

дисперсный прочный желтый 2Ж 44

основные триарилметановые 54

фталоцианиновые 60

Крездин 70

Монохлоруксусный натрия 76

Натриевая соль полифталоцианина кобальта 81

L-сорбоза 86

Сульфадиазин серебра 92

Сульфазин 92

Сульфантрол 97

1,2,4-триазол 101

Триметилфосфат 110

Уросульфен 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

Цанамид кальция 126

## СОДЕРЖАНИЕ

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-Г-рибозил)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 1,1-ди(4-хлорфенокси)-3,3-диметилбутанона-2 (дихлорфеноксиинаколина) 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-изоникотолуола (и-толилisonианата) 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 2Ж 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 хлорфазиновых 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 <i>L</i> -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 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 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. 825 Зак. № 1562 Тир 1000

Типография Министерства здравоохранения СССР