

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/I

Москва - 1988

Министерство здравоохранения СССР

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
ПО ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ ВРЕДНЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОЗДУХЕ
РАБОЧЕЙ ЗОНЫ

22/1

Москва - 1988

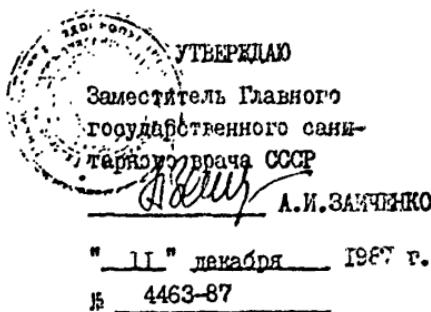
Методические указания по измерению концентраций вредных веществ в воздухе рабочей зоны предназначены для санитарно-эпидемиологических стаций и санитарных лабораторий на промышленных предприятиях при осуществлении контроля за содержанием вредных веществ в воздухе рабочей зоны, а также научно-исследовательских 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 индивидуально защиты органов дыхания, оценки влияния вредных веществ на состояние здоровья работающих и др.

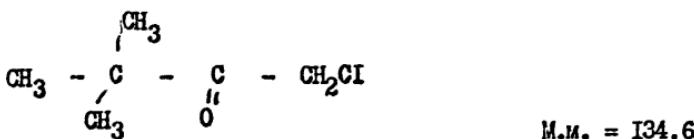
Включенные в данный выпуск методические указания подготовлены в соответствии с требованиями ГОСТ 12.1.005-76 "ССБТ. Воздух рабочей зоны. Общие санитарно-гигиенические требования" и ГОСТ 12.1.016-79 "ССБТ. Воздух рабочей зоны. Требования к методикам измерения концентраций вредных веществ" и одобрены Проблемной комиссией "Научные основы гигиены труда и профессиональной патологии". Методические указания являются обязательными при осуществлении вышеуказанного контроля.

Ответственные за выпуск: С.И.Муравьева, Г.А.Льякова, К.М.Грачева,
В.Г.Овечкин.

Настоящие методические указания разрешается размножить в необходимом количестве экземпляров.



М Е Т О Д И Ч Е С К И Е У К А З А Н И Й
ПО ГАЗОХРОМАТОГРАФИЧЕСКОМУ ИЗМЕРЕНИЮ КОНЦЕНТРАЦИЙ 1-ХЛОР-
3,3 ДИМЕТИЛБУТАНОНА-2 В ВОЗДУХЕ РАБОЧЕЙ ЗОНЫ



1-хлор-3,3 диметилбутанон-2,monoхлорпинаколин (МХП), является промежуточным продуктом синтеза фунгицида азоцена. МХП – бесцветная жидкость с резким запахом, плотность 1,04 г/см³, хорошо растворим в органических растворителях, в воде – плохо растворим. $T_{\text{кип}}$ 173°С. Упругость паров 4 мг рт.ст. при 25°С. МХП обладает функциональной кумуляцией.

В воздухе находится в виде паров и аэрозоля.

ПДК 20 мг/м³.

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/м³ (при отборе 5 л воздуха).

Диапазон измеряемых концентраций в воздухе от 10 до 60 мг/м³.

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-И-917-74

Пробирки с пришлифованными пробками, ГОСТ 10515-75, на

10 мл

Посуда лабораторная, согласно ГОСТ 1770-74

Микроприц 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 № - AW - DMCS

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 расчитывают концентрацию вещества в мг/мл, раствор устойчив в течение 1 месяца; при +4° С.

Стандартный раствор № 2 с концентрацией 100 мкг/мл готовят соответствующим разбавлением стандартного раствора № I толуолом. Раствор устойчив в течение 5 дней при +4° С.

Отбор пробы воздуха

Воздух со скоростью 0,5 л/мин аспирируют через два последовательно соединенных поглотительных сосуда, содержащих по 5 мл толуола при охлаждении смесь измельченного льда с хлоридом натрия. Для определения 0,5 ПДК достаточно отобрать 5 л воздуха. Срок хранения проб - 5 дней при +4° С.

Подготовка к измерению.

Хроматографическую колонку заполняют насадкой с подсоединением слабого вакуума (с помощью водоструйного насоса). Колонку помещают в терmostат 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° С.

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°С.
Градуировочные растворы готовят согласно таблице 21

Таблица 21

Шкала градуировочных графиков				
№ стандарта	Стандартный р-р № 2 100 мкг/мл, мл	Растворитель, тюль, мл	Концентрация, мкг/мл	Содержание монохлорпропионатомолибдата в 1 мкл хроматографируемого раствора, мкг
I	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, выражаящий зависимость высоты пика (m_1) 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°C
Температура испарителя	200°C
Температура термостата детектора	200°C
Скорость потока азота	
- через колонку	30 мл/мин
- через детектор	190 мл/мин
Скорость движения диаграммной ленты	240 мм/час
Время удерживания монохлорпинаколина	1 мин 44 сек.
Время выхода растворителя	38 сек

Проведение измерения

Для определения концентрации паров монохлорпинаколина, содержимое поглотительных сосудов анализируют отдельно, вводя в испаритель хроматографа I мкл раствора не менее 5 раз.

Записывают хроматограмму и по градуировочному графику находят количество определяемого компонента.

Расчет концентрации

Концентрацию вещества в $\text{мг}/\text{м}^3$ вычисляют по формуле:

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

- a - количество вещества, найденное в анализируемом объеме поглотительного раствора по калибровочному графику, мкг;
- b - 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 20⁰С, давление 760 мм рт.ст.) проводят по следующей формуле:

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

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, ⁰С.

Для удобства расчета V_t следует пользоваться таблицей коэффициентов (приложение 2). Для приведения объема воздуха к температуре 20⁰С 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

$^{\circ}\text{C}$	Давление Р, 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	I, 1582	I, 1646	I, 1709	I, 1772	I, 1836	I, 1899	I, 1963	I, 2026	I, 2058	I, 2122
-26	I, 1393	I, 1456	I, 1519	I, 1581	I, 1644	I, 1705	I, 1768	I, 1831	I, 1862	I, 1925
-22	I, 1212	I, 1274	I, 1336	I, 1396	I, 1458	I, 1519	I, 1581	I, 1643	I, 1673	I, 1735
-18	I, 1036	I, 1097	I, 1159	I, 1218	I, 1278	I, 1338	I, 1399	I, 1460	I, 1490	I, 1551
-14	I, 0866	I, 0926	I, 0986	I, 1045	I, 1105	I, 1164	I, 1224	I, 1284	I, 1313	I, 1373
-10	I, 0701	I, 0760	I, 0819	I, 0877	I, 0936	I, 0994	I, 1053	I, 1112	I, 1141	I, 1200
-6	I, 0540	I, 0599	I, 0657	I, 0714	I, 0772	I, 0829	I, 0887	I, 0945	I, 0974	I, 1032
+2	I, 0385	I, 0442	I, 0499	I, 0556	I, 0613	I, 0669	I, 0726	I, 0784	I, 0812	I, 0869
0	I, 0309	I, 0366	I, 0423	I, 0477	I, 0535	I, 0591	I, 0648	I, 0705	I, 0733	I, 0789
-2	I, 0234	I, 0291	I, 0347	I, 0402	I, 0459	I, 0514	I, 0571	I, 0627	I, 0655	I, 0712
-6	I, 0087	I, 0143	I, 0198	I, 0253	I, 0309	I, 0363	I, 0419	I, 0475	I, 0502	I, 0557
+10	0, 9944	0, 999	I, 0054	I, 0108	I, 0162	I, 0216	I, 0272	I, 0326	I, 0353	I, 0407
+14	0, 9806	0, 9860	0, 9914	0, 9967	I, 0027	I, 0074	I, 0128	I, 0183	I, 0209	I, 0263
+18	0, 9671	0, 9725	0, 9778	0, 9880	0, 9884	0, 9936	0, 9989	I, 0043	I, 0069	I, 0122
+20	0, 9605	0, 9658	0, 9711	0, 9783	0, 9816	0, 9868	0, 9921	0, 9974	I, 0000	I, 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, 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, 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

Приложение 3

ПЕРЕЧЕНЬ
учреждений, представивших "Методические указания
по измерению концентраций вредных веществ в
воздухе."

п/п!	Наименование вещества	Учреждения, представившие Методические указания
I!	2	3
I	апенафтен	НИОПИК, Донецкий медицинский институт
2	3,3-диметилбутанон-2 (пинаколип)	НИИ химии АН УзССР
3	дисульфид	НИИ лекарств
4	I, I-ди(4-хлорбенокси)-3,3-диметилбутанон-2	НИИ химии АН УзССР
5	изобутиронитрил	Волгоградская обл. СССР
6	3-изоцианотолуол	Горьковский НИИ ГТиБЗ
7	красители активные хлортриазиновые	НИОПИК
8	красители винилсульфоновые	НИОПИК
9	красители дисперсные актракционные	НИОПИК
10	красители триарилметановые	НИОПИК
II	красители фталоцианиновые	НИОПИК
I2	крезидин	НИОПИК
I3	натрия гидрокарбонат	Донецкий НИИ ГТиБЗ
I4	натрий монохлоруксусный	Уфимский НИИ ГТиБЗ
I5	натриевая соль полифталоцианина кобальта	Уфимский НИИ ГТиБЗ
I6	рибофлавин	НИИ лекарств
I7	L-сорбоза	НИИ ГТиБЗ АН СССР
I8	сульфазин, сульфалиазин серебра, уросульфан	НИИ лекарств
I9	сульфантрол	НИИ лекарств
20	I, 2, 4-триазол	НИИ химии АН УзССР
21	триэтилfosfат	Львовский медицинский институт

1	2	1	3
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 ГТИВ	

Приложение 4

Вещества, определяемые по ранее утвержденным
и опубликованным Методическим указаниям

<u>Наименование веществ</u>	<u>Методические указания</u>
I,I,5-тригидроперфторамилакрилат	ИУ на фотометрическое определение фторогорганических соединений в воздухе, 1., 1981, с. 187 (переизданный сборник ИУ, 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

Алкнафти 3

Гидрокарбонат натрия 7

3,3-диметилбутанон-2 12

6,7-диметил-9-(Д-І-рибитил)изосаллоксазин (рибофлавин) 18

Десульфан 22

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

Изобутиронитрил 31

3-изоцианотолуол (и-толилизоцианат) 35

Красители: активные ринилсульфоновые 48

активный красно-фиолетовый 2КТ 44

активные хлортиазиновые 65

дисперсные антрахиноновые 40

дисперсный прочный желтый 2Y 44

основные триарилметановые 54

фталоцианиновые 60

Крезидин 70

Моноклоруксусный натрий 76

Натриевая соль полигтaloцианина кобальта 81

L-сорбоза 86

Сульфадиазин серебра 92

Сульфазин 92

Сульфантрол 97

І,2,4-триазол 101

Триэтилфосфат 110

Уросульфан 92

І-хлор-3,3-диметилбутанон-2 115

І-(4-хлорfenокси)-3,3-диметилбутанон-2 120

І-хлор-(4-хлорfenокси)-3,3-диметилбутанон-2 120

Цванамид 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 концентрации 3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны.	12
4. Методические указания по флуориметрическому измерению концентрации 6,7-диметил-9-(Д-І-рибитил)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-хлорбенокси)-3,3-диметилбутанона-2(дихлорбеноксипинаколина) в воздухе рабочей зоны. 26	
7. Методические указания по газохроматографическому измерению концентраций изобутиронитрила в воздухе рабочей зоны. 31	
8. Методические указания по фотометрическому измерению концентраций 3-изо-шантодулола (и-толитизопианата) 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 актичного 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 хлортiazиновых 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-сорбозы 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-хлорfenокси)-3,3-диметилбутанона-2 и 1-хлор-(4-хлорfenокси)-3,3-диметилбутанона-2 в воздухе рабочей зоны.	120
25. Методические указания по фотометрическому измерению концентрации пизамида кальция в воздухе рабочей зоны	126
Приложение 1	131
Приложение 2	132
Приложение 3	133
Приложение 4	135
Указатель определяемых веществ	136

1. - 47854 от 23.04.85 п. л. 325 Зак. № 1562 Тип 102
 Типография Министерства здравоохранения СССР